



Universidade de Aveiro
2017

Departamento de Engenharia de Materiais e
Cerâmica

João António Bóia
Paulo

**Caracterização de fibras de aço como reforço num
betão refratário**



**João António Bóia
Paulo**

**Caracterização de fibras de aço como reforço num
betão refratário**

Relatório de Estágio apresentado à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Engenharia de Materiais, realizada sob a orientação científica da Prof. Doutora Ana Maria de Oliveira Rocha e Senos, Professora Associada do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro e com supervisão empresarial do Roberto Caballero Carlón, Responsável do Departamento I+D na Refractory Solutions INSERTEC.

À minha família, pelo apoio, carinho e dedicação

o júri

presidente

Doutor Filipe José Alves de Oliveira

Investigador Principal do CICECO no Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro

Prof. Doutor Francisco José Malheiro Queirós de Melo

Professor Associado no Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade de Aveiro

Prof. Doutora Ana Maria de Oliveira e Rocha Senos

Professora Associada do Departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica da Universidade de Aveiro

agradecimentos

Quero agradecer à Refractory Solutions INSERTEC, S.L.U. pela oportunidade de realizar o estágio numa das suas unidades fabris, em especial ao Roberto Caballero pela simpatia e apoio prestados durante a minha estadia. Ao Eng.º Maximino Herías pela disponibilidade e pelo à vontade que sempre me proporcionou, e um especial obrigado a todos os colaboradores do laboratório de desenvolvimento e investigação.

Ao programa EUCERMAT, pela experiência que me proporcionou e por toda a gente que me deu a conhecer, principalmente a todos os amigos que fiz e que também concorreram a este programa, um especial obrigado.

À Universidade de Aveiro, em especial ao departamento de Engenharia de Materiais e Cerâmica, pelos recursos disponibilizados. Também a todo o staff técnico, principalmente à Eng.ª Célia Miranda, Eng.ª Ana Ribeiro e ao Sr. Octávio Contente, pela simpatia e tempo dispensados.

Ao Doutor Filipe Oliveira pela realização do teste de perfilometria ótica.

Ao Prof. Doutor Augusto Lopes pela ajuda prestada na tese.

A todos os meus amigos de curso que fizeram destes anos uma experiência única.

Um especial agradecimento à Prof. Doutora Ana Senos pela disponibilidade e ajuda prestadas na realização desta tese.

À minha família por todo o apoio e dedicação.

palavras-chave

Betão refratário; fibras de aço; compósitos; pré-fabricados.

resumo

O presente relatório espelha o trabalho desenvolvido ao longo de um estágio decorrido na empresa Refractory Solutions INSERTEC, S.L.U. com sede em Bilbao, Espanha, fabricante de produtos refratários.

Este trabalho teve como objetivos a caracterização das fibras de aço utilizadas como reforço num betão refratário para desenvolvimento de produtos pré-fabricados e perceber o impacto da adição destas fibras na performance do betão. Para isso variou-se a composição e geometria das fibras. Os tipos de aços utilizados foram os da liga 304, 310 e 446, tendo sido produzidas por rápida solidificação através de um processo denominado de melt extraction, ME. Foi ainda utilizada outra liga de Fe-Cr-Al denominada neste trabalho por ganchos, tendo sido produzida por um processo de trefilagem a frio. As geometrias das fibras ME apresentaram secções transversais em semicírculo com perfil longitudinal retangular. Já as fibras de ganchos apresentaram uma secção transversal circular e um perfil longitudinal com extremidades em ganchos.

A caracterização passou por uma análise a nível dimensional, metalográfico, superficial, de comportamento térmico e de composição das fibras. Para análise e caracterização das fibras utilizaram-se técnicas como, microscopia ótica, microscopia eletrónica de varrimento com espectroscopia de dispersão de raios-X, perfilometria ótica 3D e termogravimetria, disponíveis na Universidade de Aveiro. Foi possível visualizar as fotomicrografias das fibras tendo sido identificadas as fases cristalinas presentes e a morfologia dos grãos. Verificou-se o nível de rugosidade superficial de cada uma das fibras e a composição qualitativa das superfícies.

Relativamente ao comportamento dos compósitos, a empresa forneceu os resultados obtidos dos ensaios de densidade aparente, porosidade aberta, resistência à compressão, resistência à flexão e dilatométrica. Sendo que os provetes utilizados nos ensaios apenas ficaram prontos meses depois do término do estágio, e dado que os resultados fornecidos foram insuficientes e sem erros associados, a discussão dos mesmos ficou seriamente limitada. Contudo, confirmou-se o efeito da composição e da geometria das fibras nas resistências estudadas e na dilatométrica, verificando-se que os compósitos reforçados com fibras de ganchos foram os que globalmente apresentaram melhores resultados.

keywords

Refractory slurry; steel fibres; composites; pre shaped.

abstract

The following report summarizes the work done during the internship in Refractory Solutions INSERTEC, S.L.U, with headquarters in Bilbao, Spain, which mainly manufactures refractory products.

The main goals of this internship were firstly to characterize the steel fibres used as reinforcement in a refractory slurry for developing precast shapes in terms of composition and geometry of the fibres, and secondly to understand the impact on the performance of the final product. The steel alloys used were the 304,310 and 446 made by a rapid solidification process known as melt extraction, ME. One more alloy was used with Fe-Cr-Al composition named 'ganchos' and this one was produced by cold drawing. The geometries of the ME fibres showed semicircle cross sections with a rectangular profile. The 'ganchos' fibres showed circular cross sections and a round profile with hooked ends.

The characterization underwent different tests like dimensional verification, metallographic inspection, superficial analysis, thermal behavior and composition analysis. Several techniques were used for the characterization of the fibres such as, optical microscopy, scanning electron microscopy, energy dispersive X-ray spectroscopy, 3D optical profilometry, X-ray diffraction and thermogravimetric analysis, available in the University of Aveiro. The microstructures the fibres were obtained and the respective primary phases and grain morphology were identified. The surface roughness of the fibres was calculated and the respective surface composition was qualitatively identified.

The company gave the test results of apparent density, open porosity, compressive strength, flexural strength and dilatometry. Since the samples used were only available after a few months past the end of the internship, and since the delivered results were lacking and without margin errors, the discussion of this results was therefore seriously limited. Nonetheless, it was confirmed the effects of fibres compositions and geometries on the mechanical tests and in the dilatometry analysis. The end hooked fibre composites, ganchos, demonstrated the best overall results.

Índice

Índice de Figuras	iii
Índice de Tabelas	vi
Lista de Abreviaturas	vii
Capítulo I – Introdução.....	1
I.1. Enquadramento e objetivos gerais	1
I.2. Apresentação geral da empresa	2
Capítulo II - Revisão bibliográfica.....	1
II.2. Matriz Refratária	5
II.2.1. Betões de Cimentos de Aluminatos de Cálcio	6
II.2.1.1. Matérias-primas e Processo de produção	7
II.2.1.2. Composição das fases	8
II.2.1.3. Hidratação.....	9
II.2.2. Betões de baixo e ultrabaixo teor de cimento	11
II.2.3. Betões sem cimento	13
II.3. Fibras.....	13
II.3.1. Aços	14
II.3.1.1. Diagrama de equilíbrio do Ferro-Carbono	14
II.3.2. Processos de Fabrico	16
II.3.2.1. Melt Extraction	16
II.3.2.3. Trefilagem a frio.....	19
II.3.3. Geometria das fibras	19
II.4. Matriz-Fibra	20
II.4.1. Microestrutura da interface	22
II.4.2. Mecanismos de Arrancamento das fibras	24
II.4.3. Orientação	26
II.4.4. Volume	29
II.4.5. Temperatura	29
Capítulo III – Procedimento Experimental.....	32
III.1. Caracterização das fibras	33
III.1.1. Dimensões e tolerâncias.....	34
III.1.2. Caracterização microestrutural	35
III.1.3. Caracterização superficial.....	37
III.2. Processamento e caracterização dos compósitos	38

III.2.1. Preparação dos compósitos.....	39
III.2.2. Corte do compósito	40
III.2.3. Determinação da densidade aparente, da porosidade aberta e do volume de fibras.	41
III.2.4. Caracterização mecânica	42
III.2.5. Caracterização dilatométrica.....	44
III.2.6. Caracterização estrutural da matriz cerâmica	45
Capítulo IV – Resultados e discussão	46
IV.1. Caracterização das fibras.....	47
IV.1.1. Caracterização geral da geometria das fibras	47
IV.2. Caracterização microestrutural, superficial e volúmica	49
IV.2.1. Fibra 304.....	49
IV.2.2. Fibra 310.....	54
IV.2.3. Fibra 446.....	56
IV.2.4. Fibra ganchos	60
IV.3. Caracterização física, mecânica e de expansão térmica dos compósitos	63
Capítulo V – Conclusões	68
Bibliografia	71
Anexos	73

Índice de Figuras

Figura 1: Fotografias da empresa 'Refractory Solutions INSERTEC' [3].	2
Figura 2 - Diagrama demonstrativo das fases formadas entre o $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$ dependendo da percentagem e temperaturas utilizadas. [5]	8
Figura 3 - Evolução do calor libertado em relação ao tempo num cimento aluminoso. [5]	10
Figura 4: Diagrama de equilíbrio Ferro-Carbono, evidenciando as temperaturas de transição A1-A4. [7]	15
Figura 5: Influência de elementos de liga na temperatura A_1 [8]	16
Figura 6: Processo de fabrico de fibras por melt-extraction [9]	19
Figura 7: Diferentes tipos de fibras e secções de corte mais utilizadas [15]	20
Figura 8: Variáveis independentes e parâmetros que as influenciam, para otimização de um betão refratário reforçado com fibras, em que: λ , produto de vários coeficientes (fator de eficiência de orientação, número de fibras por área, etc.); τ , força de ligação matriz-fibra; V_f , volume fibras; L/d , esbelteza das fibras.	22
Figura 9: Reprodução da zona de transição interfacial [20]	23
Figura 10: Comportamento ao arrancamento de fibras lisas sem inclinação [15]	25
Figura 11: Comportamento ao arrancamento em função da tensão, N , e do escorregamento, S , de fibras com ganchos sem inclinação [15]	26
Figura 12: Modelo do comportamento de fibras com e sem inclinação. [24][25]	26
Figura 13: Esquema do comportamento da fibra inclinada em diferentes fases do arrancamento [25]	27
Figura 14: Relação de arrancamento e de diferentes inclinações de fibras com ganchos para uma matriz de 85MPa de resistência à compressão [26]	28
Figura 15: Imagens de algumas amostras embutidas e da máquina de embutimento utilizada.	36
Figura 16: Imagem das amostras preparadas para SEM.	38
Figura 17: Imagens de material utilizado para a preparação das amostras onde: a) Máquina misturadora; b) Mesa de vibração; c) Moldes utilizados.	40
Figura 18: Imagens dos moldes de esferovite preparados para produção dos provetes para ensaios mecânicos.	40
Figura 19: Imagens dos cortes efetuados aos moldes previamente preparados.	41
Figura 20: a) Equipamento SUZPECAR SDC CME-60 para ensaios de compressão e flexão. b) Equipamento TERMOLAB DIL para ensaio de dilatométrica.	43

Figura 21: a) Máquina de corte. b) Provete cúbico na máquina de compressão. c) Máquina de compressão.....	44
Figura 22: Imagens das fibras utilizadas no trabalho: a) Fibra 304; b) Fibra 310; c) Fibra 446; d) Fibra Ganchos.	47
Figura 23: Secção de corte da fibra 304. Ampliação 10x.	48
Figura 24: Secção de corte da fibra ganchos. Ampliação 10x.	48
Figura 25: Diagrama pseudo binário de composições aproximadas de um diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni com 70% Fe [35]. A linha vermelha indica a composição da liga 304.	51
Figura 26: Microestrutura obtida da liga 304. Tempo de ataque químico 20s.....	51
Figura 27: Imagens de microscopia superficiais da fibra 304 obtidas no SEM.	51
Figura 28: Espectro de EDS da superfície da fibra 304.....	52
Figura 29: Perfil de rugosidade da amostra de fibra 304; a) perfil 2D e 3D da superfície convexa da amostra e em b) perfil 2D e 3D da superfície côncava da amostra, ambas para ampliações de 100x.....	53
Figura 30: Microestrutura obtida da liga 310. Tempo de ataque químico 10s.....	54
Figura 31: Diagrama pseudo binário de composições aproximadas de um diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni com 70% Fe [35]. Linha amarela representativa da composição da liga 310.....	54
Figura 32: Imagens de microscopia superficiais da fibra 310 obtidas no SEM.	55
Figura 33: Espectro de EDS da superfície da fibra 310.....	55
Figura 34: Perfil de rugosidade da amostra de fibra 310; a) perfil 2D e 3D da superfície da amostra e em b) perfil 2D e 3D do interior da amostra.....	56
Figura 35: Diagrama pseudo binário de Fe-Cr para 0.1%C [37]. Linha amarela representativa da composição da liga 446.	57
Figura 36: Microestrutura obtida da liga 446. Tempo de ataque químico 20s.....	57
Figura 37: Imagens de microscopia superficiais da fibra 446 obtidas no SEM.	58
Figura 38: Espectro de EDS da superfície da fibra 446.....	59
Figura 39: Perfil de rugosidade da amostra de fibra 446; a) perfil 2D e 3D da superfície convexa da fibra e em b) perfil 2D e 3D da superfície côncava da fibra, ambas para ampliações de 100x.....	59
Figura 40: Diagrama de fases binário Fe-Cr com efeito da adição de 4 wt. % de Al.[38].	60
Figura 41: Microestrutura obtida da liga ganchos. Tempo de ataque químico 20s.	60
Figura 42: Imagens de microscopia superficiais da fibra de ganchos obtidas no SEM. .	61

Figura 43 Espectro de EDS da superfície da fibra de ganchos.	62
Figura 44: Perfil de rugosidade da amostra de fibra de ganchos; a) perfil 2D e 3D da superfície da amostra, ambas para ampliações de 100x.	62
Figura 45: Cortes transversais de provetes utilizados em que a) fibra 304(35) b) fibra 304(25) c) Ganchos(35) e d) Ganchos(25).	64
Figura 46: a) Comportamento mecânico dos compósitos em função do tipo de fibra; b) diferentes compósitos em função da porosidade aberta e do volume de fibras obtido.	66
Figura 47: Comportamento à fluência dos compósitos em estudo recorrendo a um ensaio dilatométrico.	67

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Composição química (%wt) de cimentos de alumina comercializados. [4] ...	7
Tabela 2 - Fases típicas de cimento aluminoso em função da velocidade de reação com a água [5].....	9
Tabela 3 – Calor libertado (cal g ⁻¹) pelos cimentos CA e Portland em função do tempo (dias). [5].....	10
Tabela 4 - Compostos hidratados, composição química, sistema cristalino e densidade. [5]	11
Tabela 5: Características dimensionais e geométricas das fibras utilizadas neste trabalho.....	33
Tabela 6: Composição (%wt) dos elementos constituintes das fibras fornecidas (Anexo A, B, C e D).	34
Tabela 7: Propriedades físicas e mecânicas das fibras fornecidas (Anexo A, B, C e D)..	34
Tabela 8: Composições dos ataques químicos efetuados nas amostras.....	37
Tabela 9: Resultados obtidos do comprimento, diâmetro equivalente e esbelteza.	48
Tabela 10: Resultados obtidos das tolerâncias impostas pela norma ASTM A820 [35].	49
Tabela 11: Resultados da análise química por EDS na superfície das fibras 304, 310, 446 e ganchos (% ponderal).	52
Tabela 12: Valores da média aritmética de rugosidade superficial, Sa, das fibras utilizadas.....	53
Tabela 13: Resultados da densidade aparente, ρ , porosidade aberta, ϕ , volume de fibras, V_f , esbelteza, λ_e , resistência à flexão, σ_{flex} , e resistência à compressão, σ_{comp} , obtidos para o compósito em estudo e fornecidos para a pasta sem reforço.	64
Tabela 14: Valores obtidos para a expansão térmica no aquecimento e arrefecimento dos compósitos e dos valores de referência para as ligas metálicas.	67
Tabela 15: Diferença de massa entre as fibras 304,310 e Ganchos, a uma temperatura de patamar de 1350°C durante 1h com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.....	67

Lista de Abreviaturas

ME – Melt Extraction

CH – Hidróxido de cálcio

CSH – Silicato de cálcio hidratado

ZTI – Zona de transição interfacial

CAC – Cimento de aluminatos de cálcio

LCC – Betão de baixo teor de cimento

ULC – Betão de ultrabaixo teor de cimento

ZCC – Betão sem cimento

CA – Cimento aluminoso

Capítulo I – Introdução

I.1. Enquadramento e objetivos gerais

O relatório que se segue reflete o trabalho desenvolvido no laboratório da unidade industrial 'Refractory Solutions INSERTEC, S.L.U.'. Este estágio teve como objetivo estudar o efeito da aplicação de fibras de aço como reforço num betão refratário específico para desta forma se compreender o comportamento deste compósito quando exposto a esforços mecânicos e temperaturas elevadas.

Existem cada vez mais aplicações dos cerâmicos em que a resistência mecânica e a estabilidade térmica são necessárias em conjunto com uma boa tenacidade e ductilidade. Artigos científicos recentes têm realçado a importância da introdução de fibras no que toca a conferirem tenacidade e ductilidade a betões refratários. No entanto, existem muito poucos trabalhos de investigação relativos ao desenvolvimento e comportamento destes compósitos quando expostos a temperaturas superiores a 1000°C [1]. Os resultados mais promissores têm sido obtidos através da incorporação de uma rede de fibras metálicas. Sendo metálicas, estas fibras conseguem absorver a energia resultante da fissuração da matriz cimentícia, criando um sistema de ancoragem através da sua plasticidade [1]. Apesar da adição das fibras ter custos adicionais, a seleção criteriosa das mesmas poderá levar a melhorias nas propriedades finais do produto, por exemplo, na tenacidade à fratura, resistência ao choque térmico e resistência ao impacto, levando ao aumento do tempo de vida do produto. Não só a composição das fibras é importante, mas também particularidades como o tamanho, a geometria e a orientação das fibras, influenciam as características mecânicas e físicas do compósito [2].

O método de fabrico destes compósitos é atrativo por ser capaz de produzir formas pré-fabricadas com um volume elevado de fibras de aço, até 30%, incluir facilmente um sistema de fixação entre a pasta e a estrutura metálica, e ter menores tempos de instalação e custo relativamente ao sistema convencional de refratários.

Este relatório está dividido em 5 capítulos: o primeiro (Capítulo I – Introdução) com o objetivo de orientar o leitor para a temática do estudo realizado bem como da apresentação da empresa onde teve lugar o estágio; o segundo (Capítulo II – Revisão Bibliográfica) apresenta os fundamentos teóricos necessários para a compreensão e sustentação do trabalho; o terceiro (Capítulo III – Procedimento Experimental) descreve os materiais utilizados, as variáveis estudadas e as técnicas e equipamentos utilizados na caracterização das fibras e dos compósitos; o quarto (Capítulo IV – Resultados e Discussão) apresenta os resultados obtidos para cada fibra e posterior discussão dos

mesmos; o quinto (Capítulo V – Conclusão) resume as principais conclusões obtidas deste trabalho.

I.2. Apresentação geral da empresa

A empresa 'Refractory Solutions INSERTEC, S.L.U.' está sediada nas proximidades de Bilbao, Espanha. Foi fundada em 1980 e é composta por uma unidade fabril que se dedica à produção de produtos refratários. Nesta unidade encontram-se o laboratório de desenvolvimento e investigação e os escritórios centrais. No laboratório otimizam-se as pastas de cimento refratário, investigam-se e desenvolvem-se novos produtos e executam-se testes de qualidade dos produtos produzidos e rececionados. Relativamente aos escritórios centrais, para além dos gabinetes administrativos, de gestão, vendas, entre outros, situam-se os escritórios de desenho mecânico dos produtos refratários produzidos. A 'Refractory Solutions INSERTEC' fabrica uma diversidade de produtos nomeadamente peças pré-fabricadas para implementação em fornos industriais.

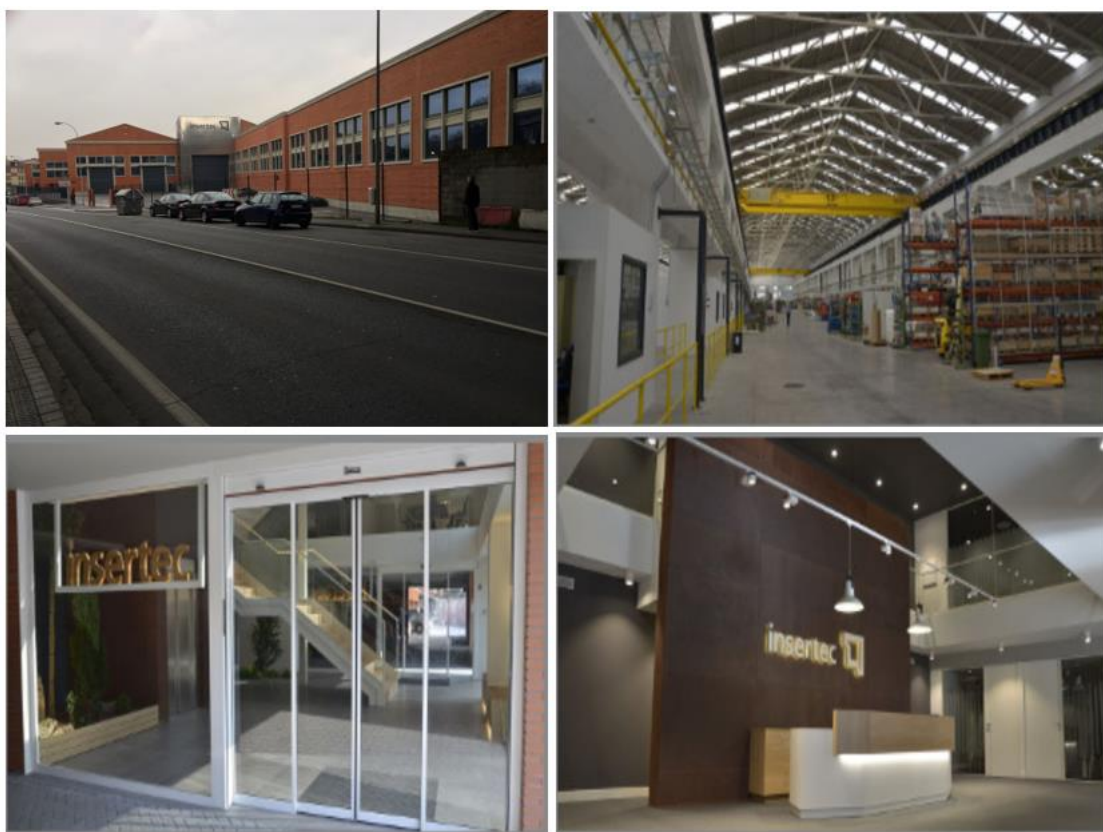


Figura 1: Fotografias da empresa 'Refractory Solutions INSERTEC' [3].

O grupo INSERTEC possui, também em Bilbao, uma segunda unidade fabril que se dedica ao fabrico do cimento refratário que é posteriormente utilizado nos produtos da 'Refractory Solutions INSERTEC'. Ambas as plantas estão estrategicamente situadas

com ligações diretas por via rodoviária e ferroviária assim como com ligações rápidas via porto marítimo e aeroporto. A nível internacional estão em países como o Brasil, a China, a Itália e o México, num total de mais de 250 colaboradores.

A nível económico, a empresa apresentou no ano de 2016 uma faturação de cerca de 18 milhões de euros.

A 'Refractory Solutions INSERTEC' possui atualmente os certificados de sistema de gestão de qualidade ISO 9001:2015 e sistema de saúde e segurança ocupacional OHSAS 18001:2001. Relativamente ao controlo de qualidade das fibras, é feita a identificação do tipo de fibras, quantidades recebidas e aspeto superficial. São ainda realizados testes de verificação de densidade e composição das fibras de acordo com as normas.

Capítulo II - Revisão bibliográfica

II.2. Matriz Refratária

Materiais refratários são um grupo de materiais cerâmicos usados principalmente como revestimentos de fornos, incineradores e reatores, devido à sua capacidade de serem química e fisicamente estáveis a alta temperatura. É graças à existência destes materiais que é possível o processamento de metais, vidros e cimentos.

Os refratários são constituídos essencialmente por óxidos de alumínio (alumina), silício (sílica), magnésio (magnésia) e cálcio (cal). Estes materiais podem ser classificados quanto à sua composição química e forma.

Relativamente à composição química, os refratários podem ser: ácidos, quando são constituídos essencialmente de materiais como a alumina (Al_2O_3) e a sílica (SiO_2); básicos, onde a composição maioritária comum é a magnésia (MgO) e neutros, elementos do grupo R_2O_3 como, por exemplo, a alumina e a crómia (Cr_2O_3). Dependendo do meio onde se inserem, podem ou não ser reativos, ou seja, um refratário básico é estável quando em contacto com meios alcalinos, mas reativo em meio ácido. O mesmo raciocínio é aplicado aos outros dois tipos. Começam-se a utilizar cada vez mais outro tipo de refratários conhecidos como refratários especiais ou de performance elevada, onde são utilizadas matérias-primas de pureza elevada, como por exemplo a mulite e ainda matérias-primas sintéticas como a alumina sintética.

Quanto à sua forma, podem ser classificados como moldados e não moldados. Os refratários moldados, são processados a partir da mistura de pós cerâmicos com ajustes na distribuição granulométrica de forma a controlar propriedades como, por exemplo, a densidade em verde, porosidade e resistência à corrosão. Esta mistura é prensada ou extrudida e passa, geralmente, por um tratamento térmico dependendo da aplicação do produto. Os refratários não moldados, mais conhecidos por refratários monolíticos, são obtidos quase exclusivamente por vazamento “in situ”, ou seja, adquirem a sua forma na aplicação. O controlo da morfologia e distribuição granulométrica é fundamental para conferir propriedades reológicas otimizadas [4].

Os refratários monolíticos são cada vez mais utilizados por serem mais baratos e de fácil instalação para trabalhadores habilitados. Adaptam-se ainda a quase todas as formas e tamanhos e a sua performance tem vindo a melhorar. O seu sucesso deve-se aos avanços significativos no tipo e na qualidade dos ligantes, agregados, aditivos e ainda na inovação do design e das técnicas de instalação.

O termo betão vem da engenharia civil e é definido como uma mistura de areia, cascalho e brita ligados entre si por uma pasta endurecida de cimento e água. O ligante

geralmente utilizado é o cimento Portland. Para aplicações a temperaturas elevadas, os betões tradicionais são substituídos por betões refratários. Os betões refratários, também conhecidos por “castables”, apresentam formulações refratárias complexas que requerem agregados, ligantes, adjuvantes e aditivos de boa qualidade. Estes betões apresentam-se como granulados secos que necessitam da adição de água. São classificados segundo a norma ASTM C 401-91 de acordo com o teor de cal, sendo denominados de ‘convencional’, ‘baixo teor de cimento’, ‘ultrabaixo teor de cimento’ e ‘sem cimento’ [4]. A maioria destes betões refratários utiliza como ligante cimento de aluminatos de cálcio (CAC) e teores convencionais de CaO. Contudo, os betões de baixo teor de cimento (LCCs), ultrabaixo teor de cimento (ULCCs) e sem cimento (ZCC) têm tido um crescimento significativo nos últimos 15 anos, porque o CaO presente no cimento leva à deterioração das suas propriedades mecânicas com o aumento de temperatura. A designação de ligante deve-se ao facto de os cimentos conseguirem aglomerar uma proporção elevada de materiais inertes como areias, gados e pedra britada, conferindo ao conjunto grande coesão e resistência mecânica e tornando-o apto a ser utilizado como argamassa e betão. Estes são ligantes hidráulicos que, em contacto com a água, formam uma pasta cujo endurecimento se dá apenas pela reação química entre o pó e a água [4].

II.2.1. Betões de Cimentos de Aluminatos de Cálcio

Estes cimentos são os ligantes hidráulicos mais utilizados atualmente e a principal razão deve-se a estes cimentos terem a capacidade de desenvolver resistências mecânicas elevadas num curto espaço de tempo. Entre 6h e 24h este cimento desenvolve entre 70% a 80% da sua resistência mecânica total (50MPa) sendo que o cimento Portland pode levar até 28 dias a atingir os mesmos valores [4].

Algumas composições utilizadas hoje em dia estão presentes na Tabela 1. Estes cimentos são normalmente classificados de acordo com a sua composição mais concretamente com a quantidade de Al_2O_3 presente que, representa o nível de pureza do cimento. Os considerados de pureza baixa estão inseridos no grupo A, os de pureza intermédia nos grupos B e C, e os de pureza elevada nos grupos D e E.

Tabela 1 - Composição química (%wt) de cimentos de alumina comercializados. [4]

Composition	Group									
	A		B		C		D		E	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
SiO ₂	3.05	8.29	4.72	4.59	2.52	3.41	0.19	0.20	0.08	0.20
TiO ₂	1.95	2.08	2.16	2.09	3.23	2.49	Tr.	Tr.	Tr.	Tr.
Al ₂ O ₃	42.11	41.34	47.55	52.28	56.69	56.21	73.36	71.07	80.22	79.53
Fe ₂ O ₃	15.55	11.32	9.52	5.34	0.89	1.88	0.35	0.09	0.15	0.22
CaO	37.46	35.24	34.82	35.27	35.75	35.39	24.46	27.70	17.63	17.12
MgO	0.65	1.17	1.19	0.35	0.43	0.53	0.30	0.33	0.35	0.44
Na ₂ O	0.08	0.10	0.06	0.10	0.08	0.08	0.18	0.21	0.66	0.51
K ₂ O	0.05	0.09	0.02	0.05	0.11	0.04	0.04	0.02	Tr.	0.07
Loss on ignition	-0.21	0.80	0.35	-0.05	0.07	0.15	0.43	0.17	1.06	1.44

Grupo A – pureza baixa; Grupo B e C – pureza intermédia; Grupo D e E – pureza elevada.

II.2.1.1. Matérias-primas e Processo de produção

Este processo inicia-se com a extração das matérias-primas da exploração das pedreiras onde posteriormente são transportadas e armazenadas. De seguida, é necessário reduzir o seu tamanho, já que chegam em blocos, a uma granulometria adequada para posterior utilização nas fases seguintes do processo. Esta operação é realizada em britadores. Segue-se a dosificação tendo em conta a qualidade do produto sendo que a quantidade é controlada através de computadores de processo. Definida esta quantidade, a matéria é transportada para moinhos onde se produz o “cru”, isto é, uma mistura finamente moída, definindo-se o seu tamanho consoante o produto pretendido. Posteriormente, é colocado em fornos rotativos, com rotação, inclinação e tamanho pré-definidos. Interiormente, são revestidos de material refratário que confere proteção ao tubo e reduz perdas térmicas. Este processo de cozedura, também conhecido por clinquerização, tem que ser capaz de atingir pelo menos 1550°C para o caso dos cimentos aluminosos. A cozedura começa a partir do momento em que o cru é introduzido no sistema de pré-aquecimento onde circula em contracorrente com gases de escape resultantes da queima de combustível. O transporte do material através do forno faz-se pelo seu movimento de rotação e grau de inclinação. O produto final é denominado de clínquer. Nesta fase são adicionados os aditivos e os adjuvantes (alumina calcinada, gesso, plasticizantes). Após esta adição, inicia-se o processo de arrefecimento com a entrada da massa pelos arrefecedores que podem ser a água ou ar. Na etapa final, o produto é novamente moído em moinhos verticais de acordo com o plano de qualidade de modo a satisfazer as normas e especificações, sendo depois armazenado em silos.

II.2.1.2. Composição das fases

Durante a cozedura do clínquer as matérias-primas sofrem transformações de fase e reagem entre si. O diagrama de fases $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3$, na Figura 2, mostra que vários tipos de fases de aluminatos de cálcio podem formar-se, dependendo da razão $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ e da temperatura do forno.

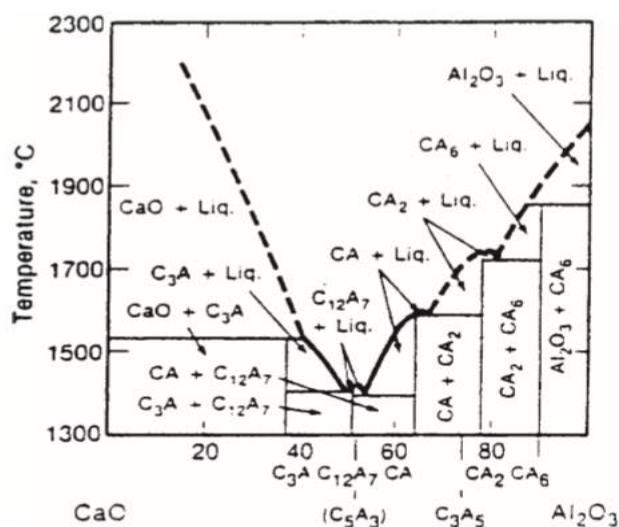


Figura 2 - Diagrama demonstrativo das fases formadas entre o $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3$ dependendo da percentagem e temperaturas utilizadas. [5]

Certos aspetos, como a cristalinidade e o tamanho de grão, devem ser controlados. A cristalinidade nas fases do cimento é importante porque influencia a reatividade do cimento. O controlo do tamanho de partícula na moagem é também importante porque, variações na sua distribuição podem não só afetar a hidratação do cimento como também a sua reatividade com os agregados no betão refratário.

As fases típicas presentes nos cimentos aluminosos comerciais tendo em conta as respetivas velocidades relativas de reação com a água, estão disponíveis na Tabela 2.

Tabela 2 - Fases típicas de cimento aluminoso em função da velocidade de reação com a água [5]

Relative hydration rate	Cement purity		
	Low	Intermediate	High
Fast	$C_{12}A_7$	$C_{12}A_7$	$C_{12}A_7$
Moderate	CA	CA	CA
Slow	CA_2	CA_2	CA_2
	C_2S	C_2S	...
	C_4AF	C_4AF	...
Non-hydrating	C_2AS	C_2AS	CA_6
	CT	CT	A
	A	A	...

C-CaO; A- Al_2O_3 ; S- SiO_2 ; F- Fe_2O_3 ; T- TiO_2 .

O aluminato monocálcico (CA) é a fase mais importante destes cimentos porque geralmente está em maior quantidade (40-70%). Tem um ponto de fusão relativamente elevado, por volta dos 1600°C, e proporciona a maior resistência mecânica de todas as fases presentes durante o curto tempo disponível na hidratação dos betões refratários. O dialuminato de cálcio (CA_2) é a fase secundária dos cimentos aluminosos ($\leq 25\%$) e é mais refratária do que a fase CA, mas necessita de um longo período de tempo para endurecer. É ainda importante porque acelera a hidratação da fase CA, apesar de o contrário não ser válido. A resistência mecânica da fase CA_2 , depois de três dias de hidratação é comparável à da fase CA e, ao contrário desta, aumenta com o tempo. A fase $C_{12}A_7$ hidrata rapidamente e pode ser utilizada para controlar a velocidade de endurecimento dos cimentos aluminosos quando utilizada em baixas quantidades. As fases C_2S (Belite) e C_4AF (Brownmillerite) são comuns no cimento Portland podendo aparecer nos cimentos aluminosos de pureza baixa, ricos em sílica ou ferro. A fase C_2AS (Gehlenite) mostra pouca tendência para hidratar e é uma fase não desejada para o cimento visto que limita a refratariedade e as propriedades mecânicas a temperaturas elevadas. A fase CA_6 é a única fase não hidratável e é normalmente um produto da reação de betões refratários de pureza elevada.

II.2.1.3. Hidratação

Quando qualquer cimento é misturado com água, os seus constituintes hidráulicos começam a dissolver-se rapidamente formando soluções saturadas em iões. Nos cimentos aluminosos formam-se iões Ca^{2+} e $Al(OH)_4^-$. Ocorre a nucleação de produtos de hidratação que cristalizam formando uma rede de ligações que confere a resistência mecânica do conjunto. Esta resistência está assim associada primeiramente ao fenómeno químico da hidratação seguido do fenómeno físico da cristalização e finalmente ao fenómeno físico-químico da passagem ao estado sólido por meio da criação de ligações entre diferentes cristais que conferem coesão ao sólido. Como dito

anteriormente, as velocidades de hidratação são muito influenciadas pela razão $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ e também pela temperatura.

A hidratação do cimento é um processo exotérmico, como mostra a Figura 3. O primeiro pico diz respeito ao contacto do cimento com a água, devido à rápida dissolução deste. Dá-se de seguida um período conhecido por incubação que diminui com o aumento de temperatura. Ocorre, posteriormente, a precipitação e crescimento das fases hidratadas, representado pelo segundo pico, iniciando-se o processo de endurecimento.

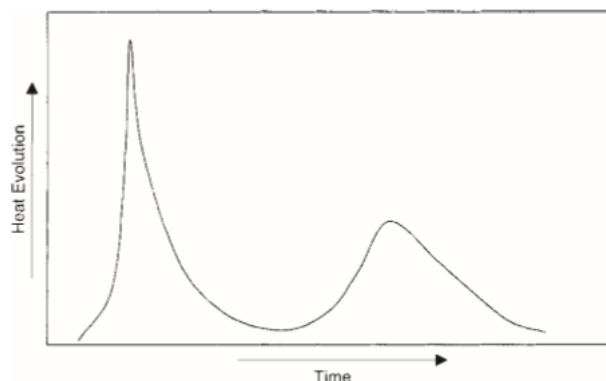


Figura 3 - Evolução do calor libertado em relação ao tempo num cimento aluminoso. [5]

O calor libertado no processo de hidratação depende do tipo de cimento utilizado. No caso dos cimentos aluminosos a reação de hidratação termina num curto espaço de tempo e a quantidade de calor libertado destes cimentos durante 1 dia é aproximadamente igual ao libertado pelos cimentos Portland ao fim de 28 dias, como mostra a Tabela 3.

Tabela 3 – Calor libertado (cal g^{-1}) pelos cimentos CA e Portland em função do tempo (dias). [5]

Cement	Time, days			
	1	3	7	28
CA cement	77–93	78–94	78–95	...
Portland cement	23–46	42–65	47–75	66–94

Nos betões aluminosos, o processo de hidratação pode ser afetado por impurezas presentes nos agregados, como o Na_2O , e por adições de microsilica. Os compostos formados e a sua estrutura cristalina, Tabela 4, geralmente desenvolvem-se no espaço de 3 a 6 meses à temperatura ambiente ou nas primeiras 24 horas com cura. Compostos como o C_3AH_6 e AH_3 formam-se a temperaturas de cura maior do que 35°C , produzindo maior porosidade e tamanho de poro. Apesar de isso diminuir a resistência em verde, permite uma melhor secagem tendo a água residual maior facilidade em escapar.

Tabela 4 - Compostos hidratados, composição química, sistema cristalino e densidade. [5]

Hydrate	Chemical composition, wt-%			Crystal system	Density, g cm ⁻³
	CaO	Al ₂ O ₃	H ₂ O		
CAH ₁₀	16·6	30·1	53·5	Hexagonal	1·72
C ₂ AH ₈	31·3	28·4	40·3	Hexagonal	1·95
C ₃ AH ₆	44·4	27·0	28·6	Cubic	2·52
AH ₃	...	65·4	34·6	Hexagonal	2·42

Contudo os betões aluminosos possuem algumas desvantagens. Uma delas é a necessidade de bastante água. São, por isso, usualmente porosos o que faz reduzir fortemente a sua resistência mecânica. A porosidade aberta de um betão refratário convencional após sofrer um processo de cura a 110°C, situa-se geralmente entre 9 a 17%. Apesar de alguma desta porosidade se dever a bolhas de ar presas, a maioria é causada pelo excesso de água na mistura. Durante a cozedura, a distribuição do tamanho dos poros muda e a porosidade aumenta significativamente. Esta porosidade depende da quantidade de água estrutural e isso depende do tipo e da constituição do cimento [5].

Ocorre também uma descida drástica na resistência mecânica do betão para temperaturas entre os 538°C e os 982°C. A essa temperatura quebram-se as ligações hidráulicas do sistema, contudo a temperatura não é suficientemente elevada para que ocorra sinterização, ou seja, para que os compostos de aluminatos de cálcio criem ligações sólidas com os agregados de alumina.

Outro problema prende-se com o facto de um elevado conteúdo de cal favorecer a formação de fase vítrea (anortite e gehlenite) no arrefecimento, as quais degradam a refratariedade e a resistência à corrosão. Mesmo com cimentos de elevada pureza de alumina, é impossível reduzir a quantidade de CaO nos betões refratários convencionais para menos de 3%, o que ainda é um valor elevado, particularmente para agregados com sílica. De forma a melhorar a performance dos betões refratários desenvolveram-se betões de baixo e ultrabaixo cimento sem pôr em causa as propriedades finais do betão.

II.2.2. Betões de baixo e ultrabaixo teor de cimento

Neste tipo de betões é possível reduzir a quantidade de cimento para menos de 3%, utilizando para isso aditivos dispersantes, tais como, o tripolifosfato de sódio e partículas submicrométricas. Estas conseguem-se dispersar facilmente em água, sem formar um sol ou gel. Reduz-se os requisitos da água, eliminando os vazios intergranulares, normalmente preenchidos com água excedentária, durante o enchimento. Assim, os interstícios são progressivamente preenchidos por partículas mais pequenas de forma a

se obter maior densidade de empacotamento. Utilizam-se alguns desfloculantes para impedir a coagulação dos pós finos e melhorar a dispersão. Desta forma, a redução da quantidade necessária de água e o aumento do empacotamento proporcionam maior densidade, baixa porosidade e boa resistência mecânica e abrasiva. Dependendo da qualidade do cimento, estes necessitam entre 3 a 7% de água [6].

Os pós submicrométricos mais utilizados em ambos os cimentos são, a microsilica e a alumina reativa. A microsilica é libertada durante a produção de ligas de ferrossilício e silício num forno de arco elétrico. Esta é um dióxido de silício amorfo, de partículas esféricas submicrométricas com diâmetro de aproximadamente $0,15\mu\text{m}$. Esta ampla gama de tamanhos de partícula aumenta a eficiência do empacotamento e aumenta a trabalhabilidade. Ela é, também, muito reativa em sistemas cimentícios, promovendo ligações cerâmicas, formando, por exemplo, mulite e reduzindo a necessidade de maiores temperaturas de sinterização. Outro impacto da utilização da microsilica é que permite diminuir a porosidade aberta de 20 a 30% até 8-16%, para temperaturas de 1000°C . Isto reduz um dos problemas que existem nos cimentos aluminosos convencionais, onde a resistência descia para temperaturas de cozedura intermédias. A microsilica reage também com as fases de aluminatos de cálcio e água, formando fases zeolíticas. Esta ligação complexa é caracterizada por ter um fraco potencial de ligação com a água e, conseqüentemente, faz com que a água ligada quimicamente na mistura não se liberte abruptamente, num intervalo curto de temperaturas, mas sim numa gama maior. Isto faz diminuir a possibilidade de explosões por fragmentação durante a secagem [6].

É importante salientar que, pelo facto de a microsilica possuir elevada área de superfície específica em alguns casos ($20\text{m}^2\text{g}^{-1}$), ocupa 50% do total da área superficial de partículas do sistema e as suas características de superfície e conteúdo de impurezas, afetam significativamente o enchimento e as propriedades de presa do betão.

Para este tipo de cimentos, mas com elevada percentagem de peso de alumina, a microsilica possibilita obter elevada resistência a temperaturas altas, até 1500°C . Isso deve-se ao crescimento de cristais de mulite alongados que, prendem a estrutura e aumentam o poder de ligação. É necessário, no entanto, uma quantidade suficiente de microsilica. Contudo, acima de 1500°C , a resistência começa a decrescer porque ocorre formação de fase líquida. Deve-se também ter em atenção que a formação de mulite é mais propensa à corrosão.

Os agregados são de extrema importância para o produto final, não só para a distribuição de tamanho de partículas como também para a composição química do

material. Estes compõem entre 60 a 85% de massa do sistema do betão, sendo que a sua composição química e características físicas afetam significativamente as propriedades finais do betão, particularmente a resistência ao choque térmico e à corrosão. A alumina sinterizada é o agregado mais comum, devido à sua elevada resistência à compressão, baixo coeficiente de expansão térmico e boa resistência a ataques químicos. Para além disso, nos cimentos aluminosos, a alumina é um óxido compatível, que não altera a refratariedade do sistema binário $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$, justificando o seu uso abundante.

Devido à microestrutura densa, estes cimentos apresentam problemas na secagem. Isto explica-se com a baixa permeabilidade dos gases, causada pela baixa porosidade presente. Problemas como fissuras e explosões por fragmentação podem acontecer, devido à pressão interna criada pelos vapores. Para que isto não ocorra, é necessário promover a permeabilidade, preferencialmente sem comprometer a resistência mecânica. Recorre-se assim, ao uso de fibras (por exemplo, orgânicas e de aço inoxidável).

II.2.3. Betões sem cimento

São utilizados para aplicações onde a eliminação de CaO na matriz refratária, aumenta a temperatura de utilização. Normalmente, não possuem propriedades físicas e mecânicas tão boas como os betões de baixo e ultrabaixo cimento, mas têm melhor resistência à corrosão e melhores propriedades a temperaturas elevadas, quando em contacto com metal fundido ou com escória. Assim, utilizam-se na indústria de fundição de aço, em altos fornos giratórios e nas colheres de vazamento de metal.

Estes betões utilizam uma variedade sistemas de ligação, incluindo minerais de argila, géis de sílica, aluminas hidratáveis e fosfatos. O ligante mais utilizado é a alumina hidratável. Este, no entanto, necessita de maiores tempos de mistura até se atingir a fluidez desejada ou de mais adição de água. Favorece, assim, a produção por “pre-cast”. Contém ainda um risco elevado de fratura por explosão.

II.3. Fibras

Podem ser utilizados diferentes tipos de fibras como reforço em betões. Estas podem ser classificadas em termos da natureza do material (aço-inoxidável, carbono, vidro, natural, entre outros) em termos de propriedades físicas e químicas (densidade, reatividade com a matriz e rugosidade superficial) e ao nível de propriedades mecânicas (resistência à tração, módulo de elasticidade, ductilidade, etc.). Na altura de se escolher a fibra é importante ter-se em conta o tipo de pasta que irá ser utilizada.

II.3.1. Aços

Os aços são dos materiais mais requisitados em todo o mundo. Devido à abundância e baixo custo do ferro e à enorme variedade de propriedades físicas, químicas e mecânicas que se podem obter variando apenas a quantidade de carbono e o tipo de tratamento térmico do aço justifica a sua escolha. Esta é ainda reforçada com a adição de elementos de liga que permite obter um maior número de microestruturas e propriedades geradas por transformações no estado sólido. É assim importante explorar o comportamento do ferro puro, do ferro-carbono, e de ligas que surgem quando outros elementos são adicionados ao ferro.

II.3.1.1. Diagrama de equilíbrio do Ferro-Carbono

Muitas das características básicas deste sistema, Figura 4, influenciam o comportamento das ligas de aço. Por exemplo, as fases presentes no diagrama binário Fe-C persistem em aços complexos, mas é necessário entender os efeitos que a adição de elementos de liga tem na formação e nas propriedades destas fases.

Apesar de o diagrama representar o equilíbrio metaestável entre o ferro e o composto cementite (Fe_3C), a fase estável é a grafite. No entanto, para os aços que têm entre 0,03-1,5 de percentagem de peso de carbono, esta é difícil de obter pelo que este equilíbrio metaestável deve ser o considerado por ser o mais relevante para o comportamento dos aços na prática.

O campo da austenite comparativamente com a o da ferrite é bastante maior o que comprova a maior solubilidade que o carbono tem nesta fase, tendo um valor máximo de 2% de peso de carbono a 1147°C. Já o campo da ferrite é bastante mais restrito, com uma solubilidade do carbono máxima de 0,02% a 723°C. Assim, para valores de carbono associados aos aços, o carbono precipita e forma cementite. Da mesma forma, a fase ferro- δ é muito restrita encontrando-se na gama de valores de temperatura 1390-1534°C, desaparecendo completamente quando o teor de carbono chega aos 0,5%.

À temperatura 723°C (A_1) ocorre a reação eutectóide onde a austenite se transforma em ferrite e cementite. Próximo da temperatura 769°C (A_2) a ferrite muda a sua condição magnética passando de ferromagnética para paramagnética, mais conhecida por temperatura de Curie, não havendo alterações na estrutura cristalina. A 910°C (A_3) dá-se a transformação da ferrite em austenite diminuindo a temperatura com a adição de carbono. Aos 1392°C (A_4) a austenite transforma-se em ferro- δ , aumentando com o aumento de carbono.

A grande diferença de solubilidades do carbono na fase γ e α leva normalmente à rejeição do carbono como carboneto de ferro nas fronteiras do campo austenítico. Consoante a quantidade de carbono presente e com um arrefecimento lento até à temperatura ambiente, três fases estão presentes: ferrite, cementite e perlite sendo estes os principais constituintes das microestruturas dos aços carbono.

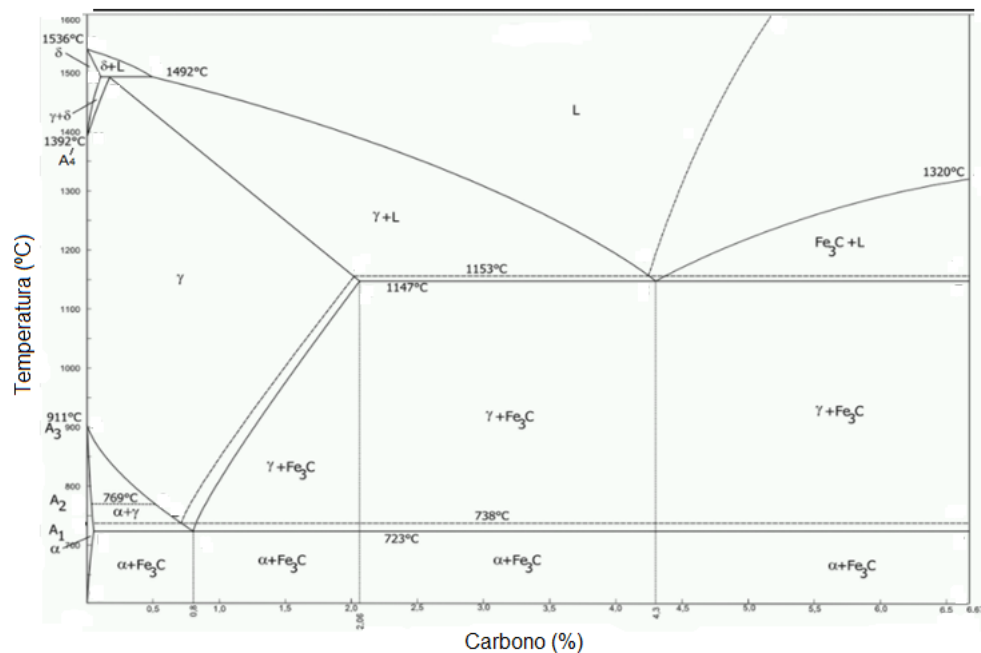


Figura 4: Diagrama de equilíbrio Ferro-Carbono, evidenciando as temperaturas de transição A1-A4. [7]

A presença de certos elementos de liga traduz-se na contração ou expansão do domínio de estabilidade da austenite. Os elementos que promovem a contração do domínio da austenite denominam-se alfacéneos e os que promovem a expansão denominam-se gamagéneos, Figura 5. Elementos alfacéneos (Cr, Mo, Si, Ti) aumentam a temperatura A_1 e A_3 ao invés dos elementos gamagéneos (Ni, Mn, Cu, Co, C, N) que diminuem A_1 e A_3 . Se a austenite for predominante à temperatura ambiente devido à adição de quantidades suficientes de elementos gamagéneos, os aços denominam-se de austeníticos. Por outro lado, se a estrutura à temperatura ambiente consistir maioritariamente de ferrite devido à adição de elementos alfacéneos, os aços denominam-se de ferríticos.

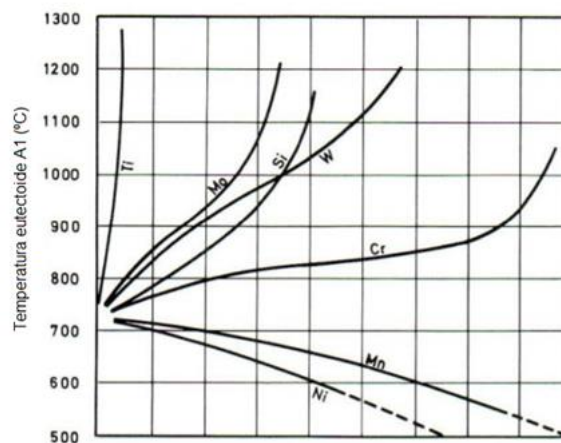


Figura 5: Influência de elementos de liga na temperatura A₁ [8].

II.3.2. Processos de Fabrico

O processo de fabrico das fibras define o seu comportamento mecânico (resistência à tração, ductilidade, tenacidade, etc), a geometria e a aparência superficial que estas apresentam.

II.3.2.1. Melt Extraction

Durante a solidificação de ligas fundidas através de meios convencionais de arrefecimento ocorrem variações de concentração de elementos de liga. Conhecidas por segregações, estas heterogeneidades químicas que podem ocorrer simultaneamente ou não, dão-se a escalas diferentes podendo ser de dois tipos: macrosegregações, onde ocorre uma distribuição heterogênea de elementos numa escala macroscópica principalmente por resultado de gradientes de temperatura e de fluxo de líquido e sólido segregado durante a solidificação. A maioria dos elementos de liga têm menor solubilidade na fase sólida do que na fase líquida, resultando num enriquecimento das concentrações de soluto na fase líquida. O segundo tipo de segregações, microsegregações, podem ocorrer a nível intercelular, intergranular e interdendrítico sendo que este ultimo é o mais predominante e problemático. Os espaços dos braços dendríticos retêm o soluto rejeitado pela fase sólida. Este tipo de segregação pode ser combatido através de um tratamento térmico de homogeneização até um certo ponto, dependendo do espaçamento interdendrítico que quanto mais grosseiro mais difícil se tornará a homogeneização. No entanto, quanto maior a velocidade de solidificação menor será este espaçamento e mais eficiente será a homogeneização [9].

Os processos de solidificação rápida conseguem evitar a macrosegregação, devido ao espaço de tempo disponível para difusão, e reduzir substancialmente os problemas associados à microsegregação. Para além disso, a solidificação rápida permite aumentar

os limites de estabilidade de certos elementos em solução, obter fases fora do equilíbrio, estruturas amorfas, refinamento de grão e uma maior homogeneidade microestrutural. Estas características têm impacto nas propriedades mecânicas finais dependendo da composição da liga [10][11].

A solidificação rápida promove ainda uma melhoria na resistência à oxidação das fibras. Ocorre um crescimento mais acentuado das camadas protetoras de Cr_2O_3 e SiO_2 que são impulsionadas pelo tamanho muito pequeno do grão (5 a $8\mu\text{m}$). A aderência destas camadas aumenta pela formação de intrusões causadas pelo SiO_2 desde o exterior da camada até ao interior, e que se formam à volta de precipitados MnS e dos pequenos espaçamos das fronteiras de grão. Outro fator tem que ver com a textura superficial acidentada que este processo produz, pois aumenta a difusividade e diminui a solubilidade do oxigénio. Assim, as camadas protetoras de Cr_2O_3 formam-se a mais baixas concentrações de Cr. Este processo permite ainda que o tamanho de grão pequeno se mantenha estável a elevadas temperaturas. Os grãos são aparentemente seguros por inclusões não metálicas, muito pequenas, que se formam durante a rápida solidificação [12].

A influência da solidificação rápida não pode ser generalizada e tem que se considerar a composição e as condições de solidificação das ligas. Estes dois fatores combinam-se num modo complexo e influenciam: 1) o modo primário de solidificação (PMS); 2) a quantidade de segregação; 3) a nucleação e crescimento da ferrite para a austenite. O fator mais importante no desenvolvimento da microestrutura de um aço inoxidável é o modo primário de solidificação. Este é principalmente função da composição. O PMS define a fase primária a solidificar e a morfologia de solidificação, que determina as condições para a subsequente transformação no estado sólido. Observações do comportamento de solidificação de aços inoxidáveis indicam que a austenite forma-se como fase primária para baixas relações Cr/Ni, e a ferrite para elevadas relações Cr/Ni. Para velocidades de solidificação baixas ($<10^3$ °C/s), a transição no comportamento de solidificação ocorre para razões Cr/Ni de $\sim 1,5$ e a morfologia é tipicamente dendrítica com braços secundários bem definidos. Contudo, para elevadas velocidades de solidificação ($>10^4$ °C/s), a transição no modo primário de solidificação ocorre para índices maiores de Cr/Ni. Ligas com razões de $\sim 2,0$ podem ser solidificadas quase completamente em austenite sendo a sua morfologia celular e não dendrítica. Os PMS poderão ser: (A) fase austenítica; (AF) fase primária austenítica com fase secundária ferrítica; (FA) fase primária ferrítica com fase secundária austenítica; (F) fase ferrítica. Os

índices equivalentes (Cr/Ni) podem ser calculados utilizando as equações seguintes, tendo em conta a fração ponderal na liga [13]:

$$\text{Cr(eq)} = (\text{Cr}) + 2(\text{Si}) + 5,5(\text{Al}) \quad (1)$$

$$\text{Ni(eq)} = (\text{Ni}) + 0,5(\text{Mn}) + 30(\text{C}) \quad (2)$$

Dentro dos processos de solidificação rápida o “melt extraction” é um dos mais utilizados para a produção de filamentos metálicos. A Figura 6 ilustra este processo. São utilizados um ou mais discos rotacionais arrefecidos onde a extração ocorre descendo os discos, a velocidade constante, sobre um banho de aço fundido. A velocidade de rotação dos discos, a velocidade de descida e a tensão superficial do fundido governam a espessura do produto extraído. O material fundido fica fixo ao disco por combinação de forças de adesão e contração enquanto solidifica. Após sair do banho a fibra separa-se por ação centrífuga. Ao ser expelida do disco, a fibra inicia a segunda etapa de solidificação numa cama vibracional com água arrefecida de modo a prevenir o crescimento de grão e a manter o máximo de impurezas como o carbono e o silício.

As matérias-primas utilizadas provêm de sucata de aço inoxidável com adição de elementos como o crómio e o níquel até às percentagens desejadas.

Estas fibras divergem consideravelmente quando comparadas com as fibras produzidas por trefilagem a frio. As fibras por “melt extraction”, ME, apresentam uma secção de corte em forma de rim devido à secção em ‘V’ presente nos discos sendo que dessa forma advém uma maior razão superficial área/volume. O contorno da fibra é irregular o que proporciona uma ancoragem mecânica superior. A rápida solidificação das fibras provoca a formação de uma superfície rugosa que promove as forças de adesão e fricção matriz-fibra.

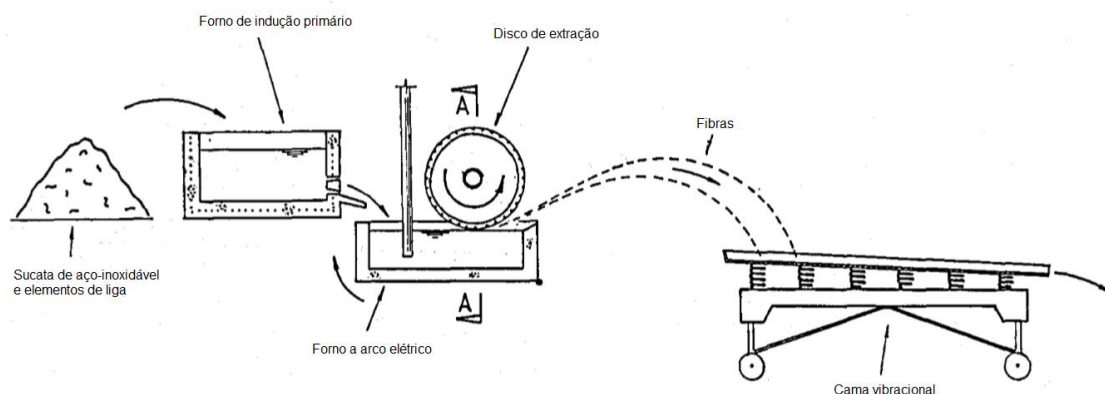


Figura 6: Processo de fabrico de fibras por melt-extraction [9].

II.3.2.3. Trefilagem a frio

É um processo industrial alternativo para obter fibras de aço onde se dá a redução da secção transversal de um tubo de aço inoxidável que é puxado através de uma fieira por meio de forças de tração aplicadas à saída da matriz. Tanto tensões de tração como de compressão deformam o aço quando este passa pela matriz. Após a formação do fio, este passa por uma máquina de corte de discos que contêm a forma pretendida a atribuir à fibra permitindo obter por exemplo, a forma de ganchos utilizada neste trabalho.

A este processo está associado um excelente acabamento superficial, um controlo dimensional apertado e uma resistência à tração mais elevada, comparativamente ao processo de ME [14].

II.3.3. Geometria das fibras

Com a inovação na área têm sido desenvolvidas formas que proporcionem melhor desempenho ao arrancamento, mas que minimizem os efeitos adversos na trabalhabilidade do compósito que advêm da utilização de fibras com uma razão comprimento e diâmetro elevado, sendo esta razão designada por esbelteza ao longo deste relatório. A Figura 7 mostra algumas formas de fibras mais utilizadas hoje em dia como também as respetivas secções transversais. Estas secções desempenham também um papel importante na interação matriz-fibra, visto que para secções não circulares de igual comprimento e área às das secções circulares, existem um número infinito de secções com diferentes perímetros e consequentemente diferentes valores de esbelteza. Assim, a definição de esbelteza tradicional não é a mais correta pois não tem em conta a

geometria da secção transversal, sendo que a variável que tem isto em conta é conhecida como FIER ou razão de eficiência intrínseca das fibras [1]. Apesar desta variável não ser utilizada neste trabalho ela é importante para o desenvolvimento de novos tipos de fibras.









Perfil Longitudinal	Secção em corte
 Liso	Circular, achatado, qualquer forma
 Indentado	
 Rugoso	
 Extremidades em pá	Circular ou achatado
 Extremidades em botão	Circular
 Extremidades em gancho	
 Frisado	Circular, achatado, qualquer forma
 Poligonal torcida	Poligonal (triangular ou rectangular)

Figura 7:.. Diferentes tipos de fibras e secções de corte mais utilizadas [15].

II.4. Matriz-Fibra

A utilização de fibras de aço proporciona a materiais como os betões refratários, com um comportamento quase frágil, um melhoramento na sua performance mecânica nomeadamente no seu comportamento sob fendilhação, na tenacidade e na ductilidade através da correta adição das fibras.

O mecanismo de reforço é complexo e ainda não é completamente entendido. Até ao ponto de formação e começo da propagação das microfendas por acumulação de tensões, as fibras têm pouco efeito, para além de poderem aumentar o módulo de elasticidade do compósito. Com o progresso das fissurações, a rede de fibras aleatoriamente distribuída, atua como ponte de transferência de tensões minimizando estas concentrações nas extremidades das fissuras, evitando assim a fratura frágil da matriz. Sendo metálicas, estas fibras conseguem absorver energia através de um processo complexo de arrancamento, mas também por deformação plástica. A eficiência

das fibras depende em grande parte da ligação matriz-fibra, mas também do seu volume, orientação, distribuição e resistência mecânica. [16]

A ligação entre o betão e as fibras depende essencialmente de três tipos de interações: adesão química-física, fricção e ancoragem mecânica. A contribuição da ligação por adesão ou fricção depende essencialmente da densidade da matriz e da geometria das fibras. Esta contribuição é geralmente baixa sendo que um reforço eficiente não poderá ser apenas induzido através de adesão ou fricção sendo necessário recorrer a ancoragens mecânicas (ganchos, inclusões superficiais e deformações). Pode também ser melhorada com a utilização de matrizes refinadas, fibras de elevada área superficial, revestimentos superficiais e ainda tratamentos térmicos. Contudo, a intenção de utilizar revestimentos superficiais nas fibras poderá ser impraticável a uma escala industrial além de que a sua aplicação não trará benefícios consideráveis [17][18].

O compósito com reforço de fibras metálicas pode apresentar um comportamento de amolecimento ou de endurecimento quando sujeito a ensaios mecânicos, dependendo da sua resistência à fissuração, σ_{cc} , e da resistência pós-fissuração, σ_{pc} . A resistência à fissuração depende de fatores como a fração volúmica de fibras, V_f , o comprimento das fibras, L , o diâmetro das fibras, d , a esbelteza, L/d , a resistência da matriz, σ_{mu} , a força de ligação média matriz-fibra, τ , o coeficiente de fração de ligação mobilizada no início da fissuração da matriz, α_1 (~0,10), e finalmente pelo fator de eficiência da orientação das fibras no estado sem fissuração, α_2 (~0,50). A equação 3 demonstra esta relação [19]:

$$\sigma_{cc} = \sigma_{mu} (1 - V_f) + \alpha_1 \alpha_2 \tau V_f L/d \quad (3)$$

Quanto à resistência pós-fissuração esta depende de fatores como a razão de comprimento de arrancamento esperado, λ_1 (~0,25), da eficiência da orientação em fissuração, λ_2 (~1,20), do número de fibras que sofrem arrancamento numa dada área, λ_3 (~1,0), e da força de ligação matriz-fibra, volume de fibras e esbelteza já mencionadas anteriormente. Esta relação é demonstrada pela equação 4 [19]:

$$\sigma_{pc} = \lambda_1 \lambda_2 \lambda_3 \tau V_f L/d \quad (4)$$

O principio de obtenção de um compósito com endurecimento à tração passa por a quantidade de fibras ultrapassar um volume crítico, $V_{f(crit)}$. Sendo que a resistência pós-fissuração tem que ser maior que a resistência à fissuração, eliminando o resultado 3 em 4 em função da fração do volume crítico, tem-se a equação 5:

$$Vf_{(crit)} = \frac{1}{1 + (\tau/\sigma_{mu})(L/d)(\lambda_1\lambda_2\lambda_3 - \alpha_1\alpha_2)} \quad (5)$$

Esta equação mostra que para uma dada esbelteza, o volume de fibras necessário para se dar o endurecimento diminui com o aumento da ligação matriz-fibra. Também se verifica pela equação 4 que, os parâmetros principais que devem ser considerados de forma a aumentar a resistência máxima do compósito, σ_{pc} , são: Λ , combinação dos coeficientes λ ; τ , Vf e L/d . Aumentando assim estas variáveis dever-se-á registrar um aumento de σ_{pc} , sendo que existe um limite prático para o qual cada variável pode ser aumentada ou controlada. Estas variáveis dependem de parâmetros descritos na Figura 8.

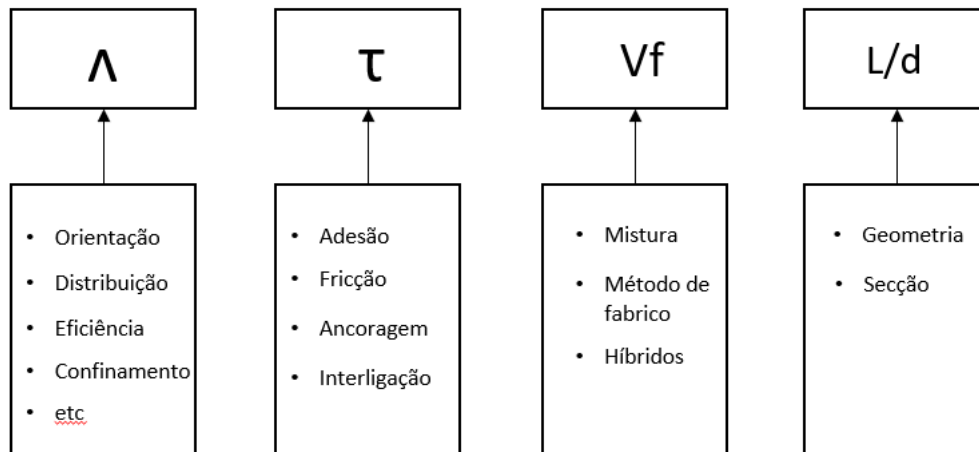


Figura 8: Variáveis independentes e parâmetros que as influenciam, para otimização de um betão refratário reforçado com fibras, em que: Λ , produto de vários coeficientes (fator de eficiência de orientação, número de fibras por área, etc.); τ , força de ligação matriz-fibra; Vf , volume fibras; L/d , esbelteza das fibras.

II.4.1. Microestrutura da interface

As propriedades dos materiais compósitos são muito sensíveis à microestrutura presente na interface entre o reforço e a matriz. No caso dos betões refratários reforçados com fibras, essa microestrutura é significativamente diferente da presente na pasta. Apesar da adição das fibras não afetar as reações de hidratação, estas modificam a distribuição dos agregados, verificando-se uma concentração maior de cimento em redor das fibras de forma a preencher os espaços disponíveis. Este gradiente microestrutural ocorre numa área denominada de “zona de transição interfacial” (ZTI). Apresenta uma camada dupla de um filme muito fino ($1\mu m$), constituída por uma

subcamada de hidróxido de cálcio, CH, em contacto com a fibra e uma camada de silicato de cálcio hidratado, CSH, à volta. Mais de metade da área desta dupla película tem ao seu redor uma camada densa de cristais de CH com espessura entre 10 a 20µm. Esta camada não é contínua, possuindo locais de bolsas porosas e partículas de etringite (sulfoaluminato de cálcio hidratado). À volta desta existe uma camada distinta, muito porosa, e só depois vem a estrutura da pasta cimentícia, Figura 9 [20].

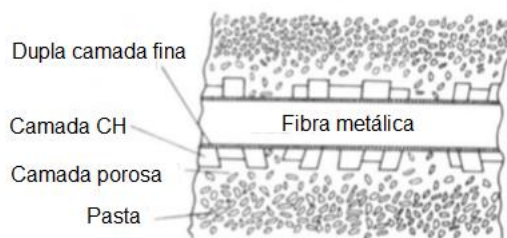


Figura 9: Reprodução da zona de transição interfacial [20].

A existência desta zona tem duas consequências: a presença de uma interface porosa leva a uma ligação matriz-fibra mais fraca; a localização desta interface não está na superfície da fibra, mas sim na camada porosa da zona ZTI. A primeira característica, a de ligação fraca, afeta diretamente a força de ligação e a resistência ao arrancamento, enquanto que a segunda, a de localização da interface, tem um efeito indireto por influenciar o modo de quebra de ligação isto porque a fissura poderá ser desviada antes sequer de chegar à fibra mantendo-se paralela a esta na zona de menor resistência [21].

Através do aumento da densidade da ZTI é possível aumentar a força de ligação e a resistência ao arrancamento. Isso é conseguido através de adições de microsilica, cinzas volantes e metacaulino. O tamanho médio de grão destas partículas é consideravelmente mais pequeno do que as do cimento sendo que os espaços vazios na interface podem ser preenchidos, levando a uma maior densidade. A reação pozolânica derivada das adições destes elementos também é benéfica visto que durante esta reação os cristais de CH são parcialmente substituídos por cristais de silicato de cálcio que são mais resistentes [22].

Todavia, é necessário que haja um balanceamento na utilização de, por exemplo, microsilica. Esta poderá levar à retração da matriz e consequentemente à formação de fissuras. Poder-se-á ainda, com o excessivo aumento da força de ligação, limitar-se o impacto da ductilidade das fibras reduzindo a tenacidade do compósito [23].

O comportamento micromecânico dos compósitos cimentícios reforçados com fibras é de alguma forma complexo, em parte devido à presença e ação de diversos mecanismos

de ligação. A ligação por adesão representa a resistência oferecida pela zona de transição entre a fibra e a matriz que a rodeia, por isso este tipo de ligação depende das propriedades da ZTI. A ligação química é o primeiro mecanismo a ser ativado no arrancamento. Durante esta primeira fase, as deformações matriz-fibra são completamente compatíveis, de tal maneira que a ligação da interface não sofre deterioração. Contudo, o contributo da ancoragem mecânica é superior. Grande parte das fibras de aço utilizadas atualmente têm a sua ligação melhorada através da adição de ancoragens mecânicas desde que esta técnica provou ser a mais eficaz para melhorar a ligação matriz-fibra [17]. Já para uma fibra lisa, o deslizamento depende maioritariamente da quebra de adesão química e de fricção, para as fibras deformadas é aceite que a ligação química pode ser desprezada em favor da ligação mecânica entre fibra-matriz [18].

II.4.2. Mecanismos de Arrancamento das fibras

Geralmente, o comportamento mecânico de uma fibra lisa pode ser descrito como uma combinação de dois mecanismos: perda de aderência da interface e deslizamento entre a fibra e o betão. À medida que a coesão da interface se vai perdendo, a ligação passa a ser de fricção da parte não aderente sendo que o processo de arrancamento, após a perda total da aderência, sofre apenas ação da fricção.

O comportamento ao arrancamento pode ser representado por uma curva com relação entre carga e deslocamento, Figura 10. No percurso OA com comportamento linear ascendente, está associada a deformação elástica fruto da ligação por aderência entre a fibra e a matriz. Com o início da microfissuração da ZTI, de AB, começa a perda de coesão onde o comportamento não linear é visto como uma indicação de propagação de fissuras interfaciais, sendo o ponto B indicativo do comprimento de fissuração crítico. [15]Depois deste ponto, a carga diminui com o aumento do deslocamento que corresponde ao crescimento instável da fissuração interfacial, ou seja, a fissura aumenta apesar da carga diminuir ocorrendo a perda total de aderência. No percurso CD, dá-se o arrancamento sob ação do atrito cinético (fricção). A carga continua a diminuir visto que a área de atrito disponível também diminui. Quando uma fibra lisa é submetida ao arrancamento a transferência de tensões na interface fibra-matriz é feita primeiro por aderência e depois por fricção. Contudo durante a fase de perda de aderência, se a carga de arrancamento atingir a resistência de tração da fibra sem que se exceda a resistência ao cisalhamento, irá observar-se a fratura da fibra. Isto não é desejado do ponto de vista do reforço visto que assim não se potenciam os benefícios das fibras.

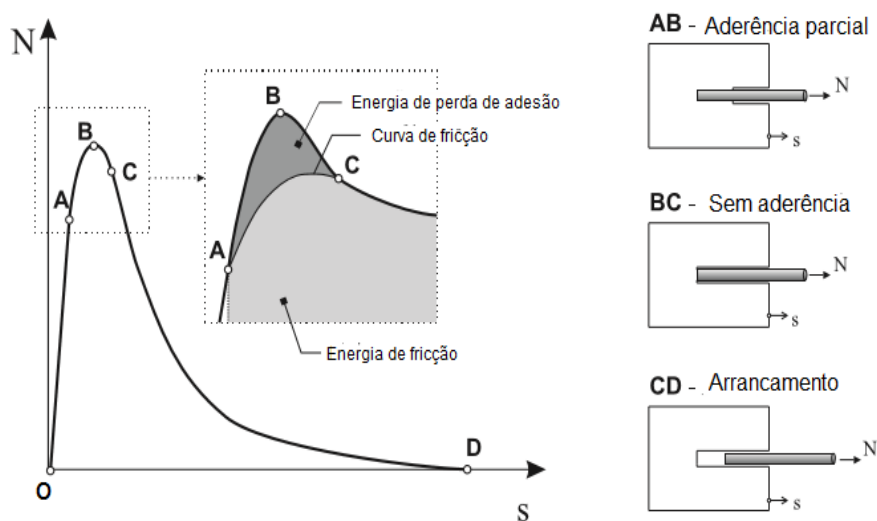


Figura 10: Comportamento ao arrancamento de fibras lisas sem inclinação [15].

Inicialmente, o comportamento ao arrancamento de fibras com ganchos, é semelhante ao das fibras lisas, consistindo também em perda de aderência e fricção por arrancamento. Contudo na zona de deformação plástica (fricção), ocorrem diferenças significativas. Nas fibras com ganchos o arrancamento é acompanhado por um mecanismo de ligação mecânica correspondente ao efeito mecânico de bloqueio proporcionado pelos ganchos e pela deformação plástica destes. Na Figura 11 é possível verificar o efeito da adição dos ganchos.

Depois do ponto B e ao contrário das fibras lisas, com a perda total de aderência, a resistência aumenta devido à ancoragem mecânica fornecida pelos ganchos. Após chegar ao ponto de carga máxima C, o efeito da ancoragem diminui por deformação plástica dos ganchos e a resistência ao arrancamento começa a diminuir, percurso CD. Por resultado do arrancamento e devido à forma dos ganchos, estes sofrem um encruamento, resultado da deformação plástica do gancho que proporciona um aumento da resistência demonstrado pelo segundo pico no percurso DE. Finalmente após a fibra estar completamente lisa, o processo de arrancamento apenas recebe resistência por fricção e que é tanto menor quanto menor for a superfície da fibra em contacto com o betão.

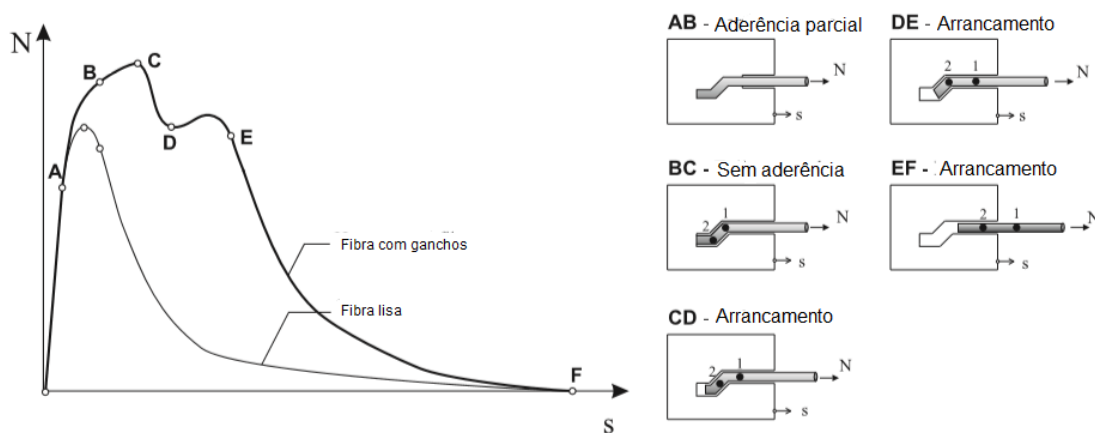


Figura 11: Comportamento ao arrancamento em função da tensão, N , e do escorregamento, S , de fibras com ganchos sem inclinação [15].

Além das tensões tangenciais que ocorrem na interface matriz-fibra, também devem ser consideradas as tensões normais que surgem resultantes de alterações de volume, de cargas biaxiais e triaxiais e do efeito de Poisson. A deformação da fibra na vizinhança da fissura é muito maior do que a deformação da matriz. Isto resulta na contração lateral da fibra que gera tensões normais de tração na interface. As tensões normais podem causar um enfraquecimento da interface e uma perda de aderência prematura das fibras podendo até reduzir ou mesmo eliminar o efeito do atrito [15].

II.4.3. Orientação

Apesar da orientação das fibras no processo de fabricação ser praticamente aleatória é importante perceber as suas implicações no reforço de um betão refratário. Como visto anteriormente o processo de arrancamento é caracterizado por mecanismos de aderência matriz-fibra e de fricção. Contudo, a orientação ou a atribuição de um ângulo específico às fibras altera substancialmente estes mecanismos, aumentando a complexidade do processo de arrancamento, Figura 12.

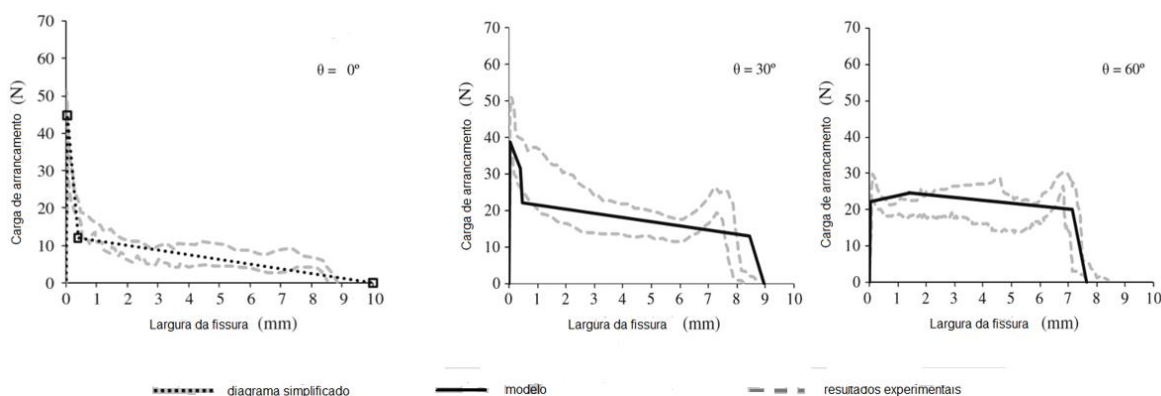


Figura 12: Modelo do comportamento de fibras com e sem inclinação. [24][25]

Quando a carga imposta ao longo da fibra é inferior à necessária para haver perda de adesão, as condições de regime elástico prevalecem tendo um comportamento praticamente linear. Formam-se, adicionalmente, tensões de compressão por confinamento atribuído pela matriz perpendicularmente à direção da força de arrancamento, Figura 13.S₁. Após o início do processo de perda de adesão, os segmentos sem aderência perto da zona de contacto com a fissura são agora submetidos a uma força de fricção provocada pela matriz. Adicionalmente, estes segmentos tendem a deformar e alinhar-se na direção da carga externa devido ao aumento progressivo da fissura. Durante esta fase, Figura 13.S₂, também ocorre fragmentação da matriz (L_{SP1}) na zona de saída sendo que na sua posição fica uma camada de matriz mais estável e rígida e que suporta a saída da fibra. O comprimento de fibra livre gerada pela fragmentação aumenta significativamente a largura da fissura e assim o diagrama de arrancamento cresce mais lentamente. Como a fragmentação aumenta com o grau de inclinação, os valores máximos de arrancamento são inferiores consoante o aumento de inclinação. Não obstante, a perda de resistência após o pico não é tão acentuada como no caso de fibras sem inclinação devido à fricção local imposta pela matriz à saída da fibra e que contraria o deslizamento instável associado ao final do processo de adesão. Após a perda total de aderência, apenas os mecanismos de fricção criam resistência ao arrancamento do comprimento da fibra ainda embutido na matriz, Figura 13.S₃. Perto do comprimento embutido crítico (L_{S,crit}) onde ainda existe suficiente fibra para haver fricção, Figura 13.S₄, esta comporta-se como um gancho, o que explica o aumento de resistência verificado nesta fase. Após atingir-se o ponto crítico deixa de haver resistência e a carga anula-se, sempre para fissuras menores que as presentes nas fibras alinhadas visto que o mecanismo de fragmentação reduz a quantidade de fibra embutida disponível.

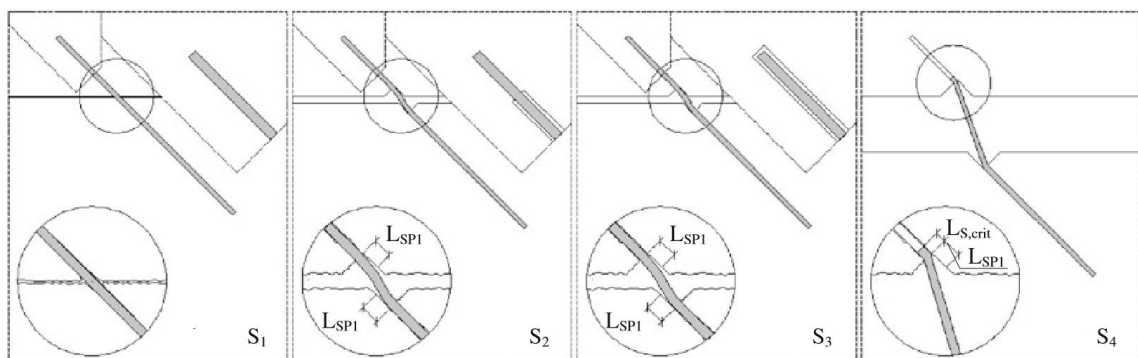


Figura 13: Esquema do comportamento da fibra inclinada em diferentes fases do arrancamento [25].

Como dito anteriormente, a resposta ao arrancamento por parte das fibras com forma é em grande parte devido há resistência mecânica fornecida pela deformação plástica dos ganchos. Contudo a orientação também tem a sua quota-parte de contribuição neste processo com estas fibras.

Na Figura 14 é representada a relação entre fibras com ganchos e diferentes ângulos de inclinação. A resposta ao arrancamento é caracterizada por dois modos: ou os ganchos são deformados enquanto a fibra é arrancada da matriz ou a fibra fratura na zona do gancho. Da deformação total do gancho resulta a maximização da resistência e da tenacidade ao arrancamento. Isto só poderá ocorrer se o comprimento embebido da fibra for maior do que o do gancho, caso contrário o gancho só será parcialmente deformado resultando na redução da performance.

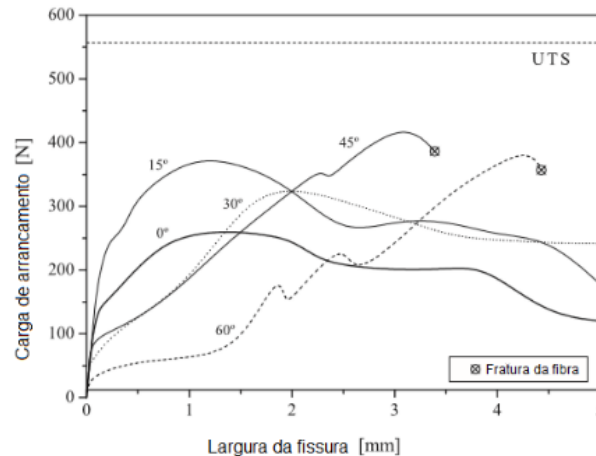


Figura 14: Relação de arrancamento e de diferentes inclinações de fibras com ganchos para uma matriz de 85MPa de resistência à compressão [26].

Com o aumento da orientação das fibras com ganchos, a resposta ao arrancamento torna-se cada vez mais dependente das propriedades mecânicas da fibra e menos da resistência da matriz enquanto se deforma na direção da carga. Partindo da premissa de que a resistência máxima da fibra à tração não é alcançada durante o processo, um incremento na orientação aumenta as irregularidades do caminho percorrido pela fibra levando a um acréscimo da resistência ao arrancamento. Haverá assim maiores probabilidades de se atingir a resistência máxima de tração da fibra com o aumento da inclinação. Contudo, para casos de rotura da fibra, verifica-se que o aumento da inclinação proporciona cargas de rotura menores. Isto poderá ser explicado pela concentração elevada de tensões presentes no ponto de saída da matriz, que irá favorecer o deslizamento inter cristalino levando à redução tanto do ponto de cedência como de tração máxima [27][27].

II.4.4. Volume

O volume de fibras utilizado para reforço de um betão refratário é um parâmetro fundamental no comportamento final do compósito. Este depende fundamentalmente do processo de fabrico utilizado, visto ser o que impõe maiores restrições no volume de fibras. Atualmente, os processos que permitem a utilização de um maior número de fibras são os que baseiam numa pré-colocação de fibras num molde com posterior enchimento de uma pasta refratária. São depois parâmetros como o tipo de pasta, a vibração e as fibras utilizadas que determinam, dentro do mesmo processo, as diferenças de volume adquiridas. Este tipo de processo, utilizado neste trabalho, permite a obtenção de até 30% em volume de fibras no produto final.

Com o aumento do número de fibras na pasta a probabilidade de intercalar uma fissura e a quantidade de fibras que contribuem para a sua neutralização é superior. Os betões que utilizam percentagens elevadas de reforço apresentam melhorias tanto na sua tenacidade como ductilidade com implicações positivas na resistência à compressão, flexão e tração. Outro aspeto positivo que advém da utilização de volumes elevados é o entrelaçamento das fibras que contribuem para a ancoragem mecânica e consequentemente para o arrancamento [28]. É, no entanto, importante ter em atenção que quanto maior o volume de fibras utilizado pior a trabalhabilidade da mistura. A utilização de pastas adequadas que permitam a sua completa penetração na rede de fibras é fundamental para o desempenho final do betão.

De uma perspetiva industrial é importante obter resultados iguais ou superiores, mas para uma percentagem de fibras inferior. Daí ser fundamental ter um profundo conhecimento das variáveis que influenciam o produto final como o tipo de fibra, orientação, comprimento, composição e volume.

II.4.5. Temperatura

Conhecer os efeitos da temperatura é essencial do ponto de vista industrial visto que estes compósitos estão sujeitos a condições extremas de temperatura e a ambientes corrosivos. Sabendo o seu impacto será possível encontrar soluções de modo a aumentar o tempo de vida do produto.

Com o incremento da temperatura verifica-se uma diminuição acentuada da resistência à cedência do compósito [29]. A temperatura induz a perda de aderência da interface por efeito da diferença de expansão térmica entre as fibras e a matriz provocando o aumento da concentração de tensões nessa zona. A tensão de cisalhamento gerada pode ultrapassar a resistência à tração da matriz provocando o aumento da fissuração.

Alguns estudos indicam um aumento da resistência ao arrancamento na zona plástica (pós-fissuração) em tração uniaxial entre os 400-600°C. Isto pode dever-se ao desenvolvimento de uma pressão de fricção gerada pela diferença de expansões térmicas e como consequência é necessário um aumento da carga para extrair a fibra [30].

Com o aumento da temperatura e do tempo de exposição é esperado que ocorram desenvolvimentos microestruturais que provoquem a precipitação de carbonetos, fragilização e amolecimento dos aços. Aqueles que sofreram trefilagem a frio podem perder as características obtidas por este processo a temperaturas elevadas. A precipitação de certos carbonetos nos aços austeníticos a temperaturas entre os 427-899°C, pode provocar diminuição da tenacidade e corrosão intergranular para certos ambientes. Os aços ferríticos podem ser expostos a fragilização pela presença da fase σ a temperaturas entre 371-510°C [31][32].





Capítulo III – Procedimiento Experimental

O objetivo do trabalho foi o de caracterizar as fibras metálicas. Como visto no capítulo anterior, as variáveis como o comprimento, a esbelteza, a composição e a rugosidade podem afetar as propriedades físicas e mecânicas do produto final. A parte experimental iniciou-se assim pela caracterização das fibras nomeadamente pela caracterização dimensional, microestrutural e superficial. Numa segunda fase foi feita a caracterização do compósito dando ênfase aos materiais, equipamentos e ensaios utilizados ao longo deste capítulo.

III.1. Caracterização das fibras

As fibras fornecidas foram as mais utilizadas no fabrico dos compósitos pela empresa. Estas apresentaram as características presentes na Tabela 5. O tipo de fibras 304 e de ganchos foram apresentadas como tendo comprimentos de 25mm e 35mm enquanto que as fibras 310 e 446 apenas tinham 35mm de comprimento. Para cada comprimento estava associado um diâmetro sendo que as de 35mm de comprimento continham 0,7mm de diâmetro e as de 25mm de comprimento continham 0,6mm de diâmetro. A aparência das fibras é demonstrada na Tabela 5 (Vista Superior). Foi visível logo à primeira vista que estas possuíam diferentes características tanto a nível superficial como de perfil. Ao longo do trabalho as fibras foram denominadas de acordo com a sua composição e comprimento de modo a ser mais fácil fazer a sua distinção, sendo denominadas de 304(35), 304(25), 310(35), 446(35), ganchos(35) e ganchos(25).

Tabela 5: Características dimensionais e geométricas das fibras utilizadas neste trabalho.

Tipo de Fibras				
Características	304	310	446	Ganchos
Comprimento (mm)	35 e 25	35	35	35 e 25
Diâmetro (mm)	35: 0,7 25: 0,6	0,7	0,7	35: 0,7 25: 0,6
Vista Superior				
Secção	Semicircular	Semicircular	Semicircular	Circular

Relativamente à sua composição esta foi fornecida pelo fabricante estando presente na Tabela 6. Ambas as fibras contêm elevadas quantidades de Cr sendo este o principal elemento de proteção anticorrosivo. A fibra de ganchos não apresenta Ni na

sua composição e a fibra 446 apenas uma percentagem muito reduzida. A fibra de ganchos contém alumínio na sua composição.

Tabela 6: Composição (%wt) dos elementos constituintes das fibras fornecidas (Anexo A, B, C e D).

Tipo de Fibra	Cr	Ni	Al	C	Si	Mn	S	P
304	18,0-20,0	8,0-10,5	-	0,50	3,50	2,00	0,03	0,05
446	23,0-27,0	0,5	-	0,50	3,50	2,00	0,10	0,05
310	24,0-26,0	19,0-22,5	-	0,50	3,50	2,00	0,03	0,05
Ganchos	23,0-26,0	-	4,5-6,5	0,60	0,06	0,06	0,06	0,06

As propriedades mecânicas estão disponíveis na Tabela 7. Estes dados foram também disponibilizados pelo fornecedor. As fibras de ganchos apresentam maiores temperaturas de serviço, contendo também o maior valor de resistência à tração e o menor valor de expansão térmica. Relativamente à expansão térmica das fibras, esta deve ser o mais compatível possível com a pasta ou de outra forma quando expostas a temperaturas elevadas, irão expandir e formar microfissuras na matriz.

Tabela 7: Propriedades físicas e mecânicas das fibras fornecidas (Anexo A, B, C e D).

Tipo de fibra	Temperatura crítica de oxidação (°C)		Temperatura fusão (°C)	Resistência à tração (MPa)		Módulo de elasticidade (GPa)	Coeficiente de expansão térmica (10 ⁻⁶ /°C)
	Contínuo	Cíclico		20°C	870°C	870°C	870°C
304	1100	870	1400-1455	515	124	124	20,2
310	1200	1040	1400-1455	540	152	125	18,5
446	1200	1100	1425-1510	900	53	97	13,1
Ganchos	1300	1460	1480-1520	1200	800	-	5,5

III.1.1. Dimensões e tolerâncias

A primeira fase do estágio iniciou-se com a caracterização geométrica das fibras a nível de comprimento, diâmetro equivalente, área e esbelteza. Estas fibras foram produzidas por outra empresa chegando em lotes de 20kg.

As medições das fibras de ganchos foram feitas seguindo especificações da norma ASTM A820 [33]. Segundo esta, as fibras devem ser caracterizadas por um comprimento nominal (ponta a ponta da fibra), l_n , por um diâmetro, d , e por uma esbelteza, λ_n . Sendo a secção em corte da fibra circular tem-se a relação dada pela equação 6,

$$\lambda_n = \frac{l_n}{d} \quad (6)$$

O comprimento e o diâmetro foram medidos utilizando um paquímetro digital com uma precisão de $\pm 0,01$ mm, e o peso através de uma balança digital com precisão de $\pm 0,01$ g. Adicionalmente, foi calculada a tolerância, Tol , que representa a diferença

entre o valor fornecido pelas fichas técnicas e o obtido experimentalmente. Segundo a norma, os valores do comprimento e do diâmetro não devem ser superiores a 10%, e os da esbelteza não devem ser superiores a 15%. No caso das fibras de melt extraction, ME, a norma considera um diâmetro equivalente, d_e , partindo de um pressuposto de uma secção em corte próxima da circular, fornecendo uma equação para o cálculo do diâmetro equivalente. Contudo, esta secção aproxima-se mais a um semicírculo. Assim, a equação utilizada para o cálculo do diâmetro equivalente difere da fornecida pela ASTM, mas vai ao encontro do indicado na literatura. [34]. Foram então feitos os cálculos necessários para a caracterização dimensional das fibras ME considerando a secção semicircular e calculando-se primeiro a área de secção de corte média, A_{fn} , recorrendo à equação 7,

$$A_{fn} \text{ (mm}^2\text{)} = \frac{m \text{ (mg)}}{\rho \left(\frac{\text{mg}}{\text{mm}^3} \right) \times l \text{ (mm)}} \quad (7)$$

onde ρ : correspondeu à massa volúmica do aço ($7,86 \text{ g/cm}^3$); m , à massa da fibra; l , ao comprimento da fibra. Utilizou-se posteriormente a relação do diâmetro equivalente, d_e , para uma secção semicircular, dada pela equação 8,

$$d_e = \sqrt{\frac{8 \cdot A_{fn}}{\pi}} \quad (8)$$

sendo assim possível calcular a esbelteza equivalente, λ_e , através da equação 9,

$$\lambda_e = \frac{l}{d_e} \quad (9)$$

Por fim, calcularam-se os desvios padrão das esbeltezas de cada fibra.

III.1.2. Caracterização microestrutural

De forma a visualizar a microestrutura das fibras no microscópio ótico estas tiveram que ser embutidas a quente numa resina epoxy, por forma a ser possível realizar o polimento. As fibras foram inicialmente cortadas utilizando um alicate, de modo a ser possível introduzi-las na prensa Citopress-5 da 'Struers', e iniciar-se o processo de embutimento. A Figura 15 mostra algumas amostras embutidas e também a prensa utilizada.



Figura 15: Imagens de algumas amostras embutidas e da máquina de embutimento utilizada.

Após a obtenção das amostras embutidas estas sofreram um polimento grosseiro através de lixas de água de granulometria cada vez menor (800 μ m, 1000 μ m, 1200 μ m), utilizando-se velocidades de 150 rpm e mudando-se de direção (90°C) em cada lixa subsequente, até que desaparecessem os traços da lixa anterior, mediante visualização no microscópio ótico. De seguida procedeu-se ao polimento fino utilizando-se pastas de diamante gradualmente inferiores de (9 μ m, 6 μ m, 3 μ m, 1 μ m) e limpando a amostra recorrendo a uma máquina com banho ultrasónico, a cada mudança de pasta.

O objetivo do ataque químico é permitir a visualização de fronteiras de grão e de diferentes fases presentes na microestrutura. Uma solução é colocada em contacto com a superfície da amostra a examinar durante um intervalo de tempo. Esta solução causa a corrosão da superfície evidenciando as fases que se pretendem visualizar.

Para o ataque químico utilizou-se inicialmente o nital, uma solução de ácido nítrico (HNO₃) e etanol, com concentração de 2%, disponível para uso e utilizada normalmente para ataque em metais no departamento. Contudo, e apesar de várias tentativas a tempos de exposição diferentes, o ataque não foi eficiente para todas as amostras. Recorreu-se posteriormente à norma ASTM E407-07 de forma a encontrar a melhor solução para efetuar o ataque, tanto em aços austeníticos como ferríticos [35]. Esta norma apresenta diversas composições que podem ser utilizadas para o ataque químico, todavia vários compostos químicos de algumas composições não se encontravam disponíveis ou as próprias composições eram demasiado complexas e perigosas. Um ataque por meio eletrolítico era também sugerido tanto na norma como na literatura, mas não havia condições nem experiência suficientes para o realizar. Recorreu-se assim a duas composições presentes na Tabela 8. Como inicialmente o

primeiro ataque não tinha resultado e sendo a composição de fácil execução, decidiu-se criar duas soluções apenas variando as concentrações.

Tabela 8: Composições dos ataques químicos efetuados nas amostras.

Solução	1	2
Composição	30 ml H ₂ O	20 ml H ₂ O
	10 ml HNO ₃	10 ml HNO ₃
	20 ml HCl	10 ml HCl

Antes da amostra sofrer o ataque, esta foi limpa e seca, utilizando-se etanol e um secador. Após colocar parte da solução 1 num vidro de relógio fez-se um ataque por imersão das amostras nesta solução durante 10 segundos. De seguida, limpou-se cada amostra novamente em etanol e água quente utilizando-se novamente o secador. Este processo foi repetido até todas as amostras estarem atacadas, quatro para a solução 1 e outras quatro para a solução 2. No final, algumas amostras foram novamente atacadas, durante um maior período de tempo, 20 segundos, por forma a realçar mais a microestrutura. As amostras que sofreram um segundo ataque tiveram que ser novamente polidas na pasta de diamante de 1µm de forma a retirar a corrosão, imposta pelo primeiro ataque.

Observaram-se de seguida, num microscópio ótico (Nikon Microphot), as microestruturas recorrendo a imagens obtidas com uma câmara acoplada (Infinity 1-3C-NS) ao microscópio. As imagens foram tratadas e capturadas utilizando o software 'Infinity Capture'. Para cada fotomicrografia foi atribuída uma barra de escala com o auxílio do software 'ImageJ'.

III.1.3. Caracterização superficial

Com o objetivo de caracterizar superficialmente as fibras recorreu-se inicialmente ao microscópio eletrónico de varrimento (HR-FESEM Hitachi Su-70) e ao EDS acoplado (Bruker, Quantax 400). A microscopia eletrónica de varrimento (SEM) baseia-se na incidência de um feixe de eletrões na superfície de uma amostra-alvo. Os eletrões ao atingirem a superfície interagem com esta, resultando na emissão de diversos tipos de radiação e de eletrões (secundários, retro fundidos, etc.) que permitem obter informação sobre a topografia e composição da superfície. O EDS é uma técnica de espectroscopia dispersiva de Raios-X que permite uma análise semi-quantitativa dos elementos químicos presentes na amostra.

De forma a visualizar as superfícies das fibras e obter os elementos químicos, prepararam-se amostras de fibras de cada composição (304,310,446 e ganchos).

Utilizando um alicate, cortaram-se as fibras colocando-as de seguida num suporte de amostras de alumínio e fixando-as através de uma fita-cola condutora como mostra a Figura 16.



Figura 16: Imagem das amostras preparadas para SEM.

Posteriormente, recorreu-se à perfilometria ótica e analisaram-se os perfis de rugosidade das amostras já referenciadas, tanto na superfície convexa como na côncava. Foi utilizado um perfilómetro (S-neox Non-Contact 3D Surface Profiler). Este recorre à tecnologia de microscopia de varrimento a laser confocal, que é um sistema de deteção de foco que permite medir, através de um foco de luz, a rugosidade da superfície das amostras a três dimensões. Obteve-se assim uma imagem mais realista da superfície e parâmetros de área como o S_a (média aritmética de rugosidade superficial) que expressa a média dos valores absolutos de $z(x,y)$.

As fibras consoante as suas diferentes composições, foram colocadas duas a duas num vidro laminar de suporte, evidenciando-se a superfície e o interior das diferentes fibras. Foram utilizadas as ampliações de 100x para o estudo dessa rugosidade, recorrendo à média aritmética de rugosidade superficial, S_a , fornecida pelo software (Sensoscan).

III.2. Processamento e caracterização dos compósitos

O processo utilizado na empresa para a produção de produtos pré-fabricados tem como base a utilização de um betão refratário monolítico de cimento aluminoso e a pré-colocação de um leito de fibras de aço num molde, onde o betão é posteriormente vazado recorrendo ao auxílio de vibração. Ao molde é primeiramente adicionada uma tinta antiaderente procedendo-se à colocação manual das fibras, sendo que o seu teor depende da esbelteza e geometria da fibra e do método de fabrico. Os volumes obtidos de fibra na linha de produção podem atingir os 30%. Na preparação destes compósitos, é necessário evitar uma distribuição não uniforme das fibras principalmente nas extremidades do molde e controlar a sua orientação. Para isso otimiza-se a força de vibração consoante o tipo de fibra utilizado. Quanto à orientação

das fibras, o objetivo é ser o mais aleatória possível apesar das fibras tenderem a ficar com uma orientação preferencial em certas zonas do molde. Assim, a vibração é tanto utilizada para dispersar e orientar as fibras, como para facilitar o movimento do betão no molde.

A fluidez da pasta é fundamental para uma boa penetração na rede de fibras sendo que os aspetos que mais contribuem para tal são a sua composição, com a utilização de desfloculantes e partículas de pequena dimensão, como também a razão água/cimento. O desfloculante reduz a tensão superficial da água facilitando a dispersão das partículas de cimento e dos agregados, obtendo-se um betão com maior trabalhabilidade e possibilitando assim um vazamento mais eficaz. A razão água/cimento é de 1 sendo que se utiliza a mesma quantidade de água e cimento. Após concluído o enchimento do molde e passadas 12h a 24h, dependendo do tamanho do molde, procede-se à descofragem dos moldes e à cura do produto final entre 425°C e 600°C dependendo do tamanho do forno utilizado.

III.2.1. Preparação dos compósitos

O ponto crítico do trabalho prático na empresa foi encontrar uma forma segura e eficaz de cortar o material compósito em provetes para que fosse possível realizar-se ensaios mecânicos. Esta dificuldade deveu-se essencialmente ao enorme volume de fibras presente na pasta e também ao facto de estas serem de aço. Assim, produziram-se duas peças de dimensões 230x115x65mm, Figura 17.c), utilizando-se para o enchimento 10kg de betão, onde se adicionou primeiro água numa misturadora, Figura 17.a), e só depois, pouco a pouco, o betão, de forma a não se formar coágulos. Após se adicionar todo o betão, deixou-se misturar cerca de 10 minutos, até se obter uma pasta homogénea. Entretanto, adicionou-se uma tinta antiaderente aos moldes e de seguida ativou-se a vibração, iniciando-se a colocação das fibras até à altura máxima do molde. O método para controlar a potência de vibração foi, a olho, ver o ponto em que as fibras se começavam a aglomerar, reduzindo depois um pouco essa vibração. Procede-se ao enchimento, com a pasta preparada anteriormente, até esta cobrir totalmente as fibras, esperando até que esta fosse ocupando os espaços vazios do molde com a ajuda da vibração. Continuou-se a adicionar fibras sempre que se visse que havia espaço para tal. Na etapa final, procedeu-se a um tratamento térmico de cura a 425°C seguindo o protocolo. As duas peças fabricadas foram após concluída a cura, enviadas para uma empresa especializada em corte com jato de água a alta pressão.

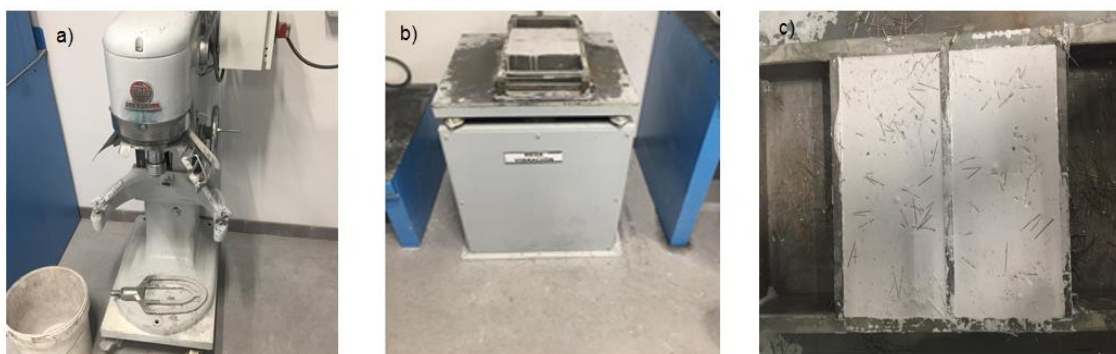


Figura 17: Imagens de material utilizado para a preparação das amostras onde: a) Máquina misturadora; b) Mesa de vibração; c) Moldes utilizados.

Após se ter verificado que o método de corte por jato de água era satisfatório, foram posteriormente desenvolvidos 18 moldes de esferovite onde se adicionou, de três em três moldes, os seis tipos de fibras utilizadas. O método de enchimento dos moldes foi o já descrito anteriormente. Consoante o tamanho e esbelteza das fibras, diferentes quantidades de fibras foram adicionadas. Como os moldes eram maiores do que a mesa de vibração do laboratório, foi necessário improvisar recorrendo a tábuas e fitas de forma a ser possível aguentar os moldes na mesa sem os danificar, Figura 18.



Figura 18: Imagens dos moldes de esferovite preparados para produção dos provetes para ensaios mecânicos.

Após a descofragem das placas, estas foram levadas para cura. O aquecimento do forno foi feito a 100°C/h até 600°C de patamar durante 5h. Os moldes foram posteriormente arrefecidos à temperatura ambiente.

Já depois do fim do estágio, as placas foram enviadas para corte de forma a se obter os provetes com as dimensões e geometrias desejadas para os ensaios mecânicos.

III.2.2. Corte do compósito

A utilização de serra de diamante com lubrificação a água já tinha sido testada no corte de outros moldes, pela empresa, sem sucesso. Para além da serra sobreaquecer constantemente devido à resistência imposta pelo compósito, punha-se também em causa a segurança do trabalhador. Havia ainda outros problemas como o corte de provetes de geometrias, por exemplo cilíndricas, e a produção de provetes em número apreciável para um panorama industrial. Posta esta dificuldade, chegou-se à

conclusão que um corte por jato de pressão a água (jet-cutting) poderia resolver o problema. Este processo consiste no corte de materiais com água a extrema pressão (2500-3600bar), com a incorporação de um material abrasivo como a sílica. A primeira fase do processo começa pelo desenho da peça no software CAD onde se inserem as medidas do objeto a ser cortado e o tipo de material a cortar. Estando o ficheiro completo, este é inserido no sistema da máquina de corte. É importante referir que este processo não gera contaminações, não há presença de gradientes de temperatura e permite, de uma forma segura, mecanizar diversas geometrias com bons acabamentos. A Figura 19 mostra o mecanizado final após o corte do material.



Figura 19: Imagens dos cortes efetuados aos moldes previamente preparados.

III.2.3. Determinação da densidade aparente, da porosidade aberta e do volume de fibras.

A caracterização mecânica dos provetes foi feita na empresa, pós término do estágio, visto o corte dos moldes terem demorado cerca de 3 meses. Após a receção dos provetes foram calculadas a porosidade aberta, equação 8, e a densidade aparente, equação 9, para cada composição de fibras. Inicialmente alguns provetes foram colocados numa câmara em vácuo (cubos e cilindros) sendo posteriormente secos numa estufa. Os provetes foram secos a 60°C, por um período superior a 24h até a massa estabilizar. Após a secagem, colocou-se as amostras num dissecador até se atingir a temperatura ambiente e pesou-se de seguida a amostra, obtendo o valor de massa seca, M_o . Colocaram-se novamente as amostras numa câmara em vácuo, durante 1 dia e adicionando-se posteriormente água até cobrir a totalidade das amostras durante mais 1 dia. Os provetes foram secos superficialmente utilizando um pano húmido e anotou-se a massa saturada das amostras, M_s . Por fim pesaram-se as amostras submersas em água e anotou-se a massa correspondente, M_h .

Para o cálculo da porosidade aberta, ϕ , e da densidade aparente, ρ , utilizou-se a norma UNE-EN 1936:2007 e as equações 10 e 11 [36]:

$$\phi = \frac{M_s - M_o}{M_s - M_h} \times 100 \quad (10)$$

$$\rho = \frac{M_o}{M_s - M_h} \times \rho_{\text{água}} \quad (11)$$

onde: M_s , corresponde à massa saturada; M_o , corresponde à massa seca; M_h , corresponde à massa da amostra submersa.

Utilizou-se ainda a lei das misturas tendo em conta a porosidade aberta do compósito de forma a calcular a percentagem de volume de fibras no compósito, V_f . Para isso recorreu-se à equação 12,

$$\rho = \rho_f V_f + \rho_m (1 - (V_f - \phi/100)) \quad (12)$$

onde: ρ , é a densidade aparente calculada do compósito; ρ_f , é a densidade das fibras; ρ_m , é a densidade da pasta; ϕ , é a porosidade aberta do compósito.

III.2.4. Caracterização mecânica

De forma a se entender o efeito da aplicação de diferentes tipos de fibra na pasta em condições de trabalho à temperatura ambiente, os provetes obtidos dos cortes das placas foram sujeitos a ensaios mecânicos de compressão e flexão.

Para o ensaio de compressão foram utilizados 3 provetes de cada um dos 6 tipos de fibras disponíveis, perfazendo 18 provetes no total. Estes foram identificados de acordo com o tipo de fibra embutido. Posteriormente cada um dos provetes foi submetido a testes de compressão utilizando-se o equipamento 'SUZPECAR SDC CME-60', Figura 20.a. A velocidade de aplicação de carga foi de 0,15MPa/s seguindo as indicações da norma EN ISSO 1927-6 (2012). No final calculou-se a tensão máxima de compressão para cada um dos provetes recorrendo à equação 13 e calculou-se a média dos 3 provetes de cada tipo de fibra.

No ensaio mecânico de flexão utilizaram-se 6 provetes no total, havendo 1 para cada tipo de fibra de dimensões 230x50x50mm. Os provetes foram identificados e posteriormente sujeitos ao teste de flexão utilizando-se o equipamento 'SUZPECAR SDC CME-60' adaptado para flexão. O espaço utilizado entre os dois apoios foi de 180mm e a velocidade de carga foi de 0,15MPa/s seguindo também a norma EN ISSO 1927-6 (2012). Recorreu-se à equação 14 para calcular o valor da tensão máxima de flexão dos provetes.



Figura 20: a) Equipamento SUZPECAR SDC CME-60 para ensaios de compressão e flexão. b) Equipamento TERMOLAB DIL para ensaio de dilatométrica.

Para o cálculo da tensão máxima de compressão, σ_{comp} , recorreu-se à equação 13,

$$\sigma_{\text{comp}} = \frac{F}{A} \quad (13)$$

onde: F, representa a força máxima de rotura; A, a área do provete. Para o cálculo da tensão máxima de flexão, σ_{flex} , utilizou-se a formula para geometrias retangulares equação 14,

$$\sigma_{\text{flex}} = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (14)$$

onde: L, representa o comprimento entre apoios inferiores da máquina; h, representa a altura da amostra; b, a largura da amostra.

Foram feitas tentativas por forma a realizar os ensaios de compressão e flexão no departamento de Engenharia de Materiais na Universidade de Aveiro com amostras de compósito de dimensões 110x65x65mm fornecidas pela empresa. No entanto, não foi possível realizar o corte das amostras por forma a obter as geometrias exigidas pelas normas. Relativamente ao ensaio de flexão as dimensões dos compósitos fornecidas implicavam a utilização de cargas maiores que as suportadas pela máquina de flexão. Tentou-se ainda recorrer a uma serra de corte para betões no Departamento de Engenharia Civil onde se conseguiu apenas efetuar o corte para uma amostra já que as dificuldades que se sentiram na empresa, também se sentiram aqui, ou seja, a

possibilidade elevada de danificar o disco e de expor o técnico a riscos desnecessários. A amostra foi assim cortada utilizando a máquina de corte (Durher), Figura 21.a, com a geometria de um cubo (64x64x64mm), Figura 21.b, seguindo as especificações da norma NP EN 12390-3 para ensaios de compressão [37]. Posteriormente, foi colocado o provete na máquina de compressão (Form+Test Prufsysteme), Figura 21.c, e realizado o ensaio a velocidade de carga constante de 0,4MPa/s. O valor de tensão máxima de compressão foi calculado utilizando a equação 13.

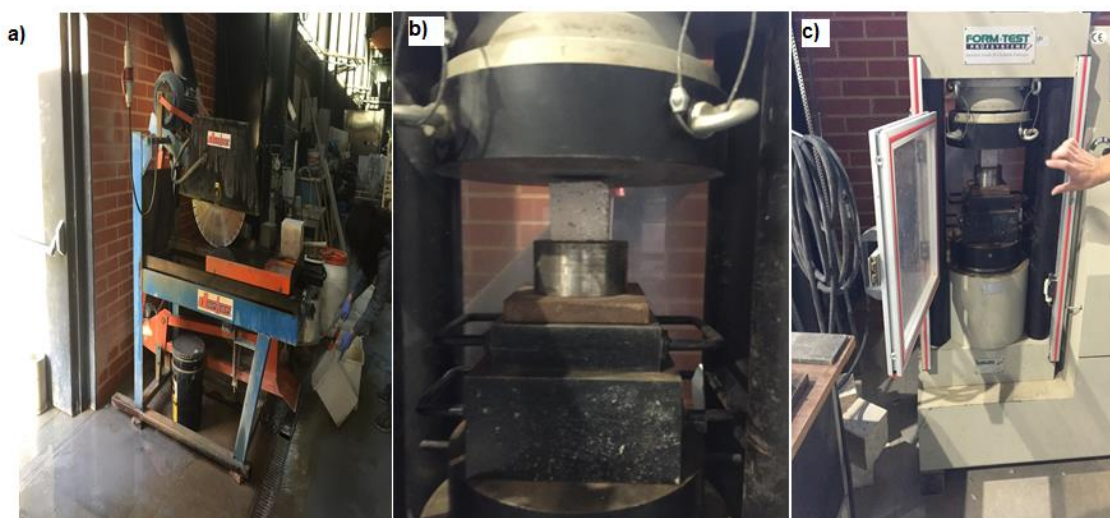


Figura 21: a) Máquina de corte. b) Provete cúbico na máquina de compressão. c) Máquina de compressão.

III.2.5. Caracterização dilatométrica

Para o ensaio de dilatométrica recorreu-se ao dilatómetro 'TERMOLAB RUL/CIC/DIL', Figura 20.b, onde se utilizaram amostras com geometria cilíndrica com altura de 50mm e diâmetro externo de 50mm e interno de 12,5mm, seguindo as especificações da norma EN 993-19 (2004) [38]. O aquecimento dos provetes foi feito a uma velocidade de 100°C/h até um patamar de 1400°C durante 1h.

Por forma a calcular o coeficiente de expansão térmica utilizou-se a equação 15,

$$\frac{dl}{l_0} = \alpha (\Delta T) \quad (15)$$

onde: dl/l_0 , representa a dilatação do compósito; α , o coeficiente de expansão térmico do compósito; ΔT , a variação de temperatura.

Os valores de dilatação e de temperatura foram posteriormente utilizados num gráfico de forma a observar-se o comportamento de dilatação do compósito e de conseguir-se obter o coeficiente de expansão térmica recorrendo ao declive.

III.2.6. Caracterização estrutural da matriz cerâmica

De forma a se obter mais informação sobre o tipo de matriz, nomeadamente as fases presentes, realizou-se uma difração de raios X, na Universidade, à pasta utilizada no enchimento do compósito. Após retirar pequenas porções da matriz de cortes obtidos do compósito e com a ajuda de um almofariz de ágata, o material foi moído e analisado num difratómetro (Rigaku Geigerflex) com radiação $K\alpha$ do Cu com comprimento de onda $\lambda=1,5418\text{\AA}$. Foi utilizado um intervalo angular de varrimento entre 5° e 65° , com um passo de $0,026^\circ$ e um tempo de exposição de 96,39s (Anexo E).

A difração de raios X é uma técnica de caracterização de materiais cristalinos. Os raios X surgem quando um elétron acelerado com energia suficiente atinge um átomo e remove um elétron perto do seu núcleo, ficando o átomo ionizado. O elétron não permanece excitado por muito tempo, voltando ao seu estado original e emitindo um fóton com uma energia específica que corresponde à diferença de energias entre o nível excitado e o normal. Os elétrons são emitidos por um filamento aquecido pela passagem de corrente elétrica (efeito de Joule) sendo acelerados pela aplicação de uma diferença de potencial. Durante a análise, os raios-x incidem na amostra para um intervalo de ângulos pré escolhidos, o que possibilita que a difração ocorra em diferentes planos (hkl). O número de fótons difratados nesse tempo, valor que constitui a intensidade de difração, é registado por um detetor. Obtém-se assim um difratograma de raios-x, que consiste num diagrama no qual se relacionam as posições dos picos de difração, presente nas abissas, com as suas respectivas intensidades, assinaladas no eixo das ordenadas. No padrão de difração, as intensidades dos picos refletem a dispersão total de cada plano na estrutura cristalina da fase e são diretamente dependentes da distribuição dos átomos na estrutura. A identificação das fases é feita comparando os picos e as intensidades numa base de dados.

Capítulo IV – Resultados e discussão

IV.1. Caracterização das fibras

Esta secção iniciou-se com uma caracterização geral da geometria das fibras relatando-se as variações observadas consoante o tipo de fibra. Apresentaram-se e discutiram-se os resultados obtidos relativamente às variáveis em estudo, nomeadamente o comprimento e a esbelteza. Procedeu-se, numa segunda parte, à análise e discussão dos resultados obtidos na caracterização microestrutural, superficial e volúmica de cada tipo de fibra utilizada neste trabalho.

IV.1.1. Caracterização geral da geometria das fibras

Através de uma primeira inspeção visual às fibras, Figura 22, foi possível constatar que as produzidas pelo processo ME (304,310,446) apresentavam uma superfície rugosa, uma secção em corte não circular e um perímetro irregular, atribuído ao processo de fabrico. Também se verificou que tanto o comprimento como o diâmetro apresentavam ligeiras variações. Já as produzidas por trefilagem a frio (ganchos) apresentavam aparentemente comprimentos e diâmetros circulares mais constantes, com uma superfície regular sendo visível a direção longitudinal do estiramento.

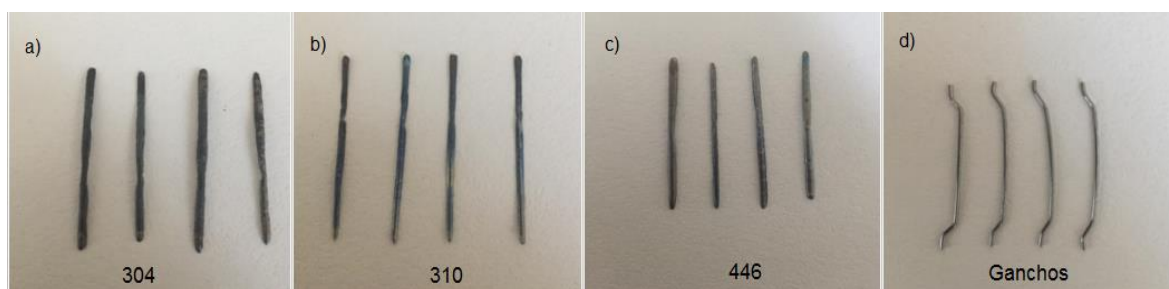


Figura 22: Imagens das fibras utilizadas no trabalho: a) Fibra 304; b) Fibra 310; c) Fibra 446; d) Fibra Ganchos.

Com a ajuda do microscópio ótico confirmou-se que as secções em corte das fibras apresentavam secção circular para a fibra de ganchos, e semicircular ou também mencionada na literatura por aspeto de rim (kidney shape) para as fibras ME, como mostram as Figura 24 e Figura 23, respetivamente. Daí a opção pela utilização de uma equação diferente da usada na norma ASTM A820 para o cálculo do diâmetro equivalente das fibras ME. A utilização de uma equação diferente da sugerida pela norma impossibilitou a sua aplicação e o respetivo cálculo da tolerância para as fibras ME.

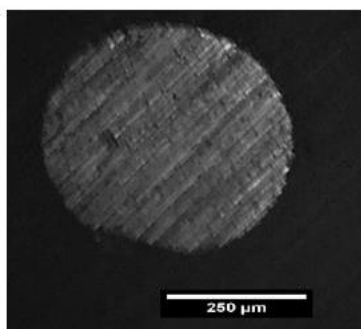


Figura 24: Secção de corte da fibra ganchos. Ampliação 10x.

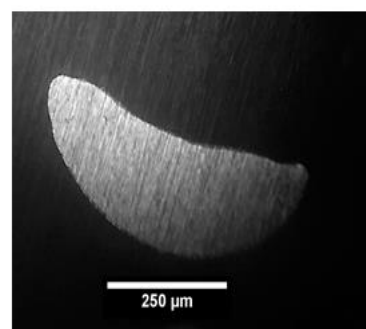


Figura 23: Secção de corte da fibra 304. Ampliação 10x.

O comportamento do compósito a ações mecânicas como as de flexão, compressão e tensão depende em grande parte das características das fibras. Visto a resistência à fratura das fibras de aço ser bastante superior à da matriz cimentícia, a ocorrência de falhas no compósito ocorre em grande parte por arrancamento das fibras e por perda de adesão matriz-fibra. Os parâmetros da fibra que mais afetam este comportamento são o seu comprimento e geometria. O comprimento e a esbelteza das fibras influenciam o volume total de fibras que pode ser utilizado no molde e a forma da secção de corte influencia o grau de interação entre a fibra-matriz e a fibra-fibra [34].

Na Tabela 9 indicam-se os valores obtidos do comprimento nominal das fibras, l_n , do diâmetro equivalente, d_e , da esbelteza, λ_e , as correspondentes médias e o desvio padrão da esbelteza, st.dev. A avaliação foi efetuada por amostragem, com análise de 10 fibras por parâmetro, aleatoriamente selecionadas.

Tabela 9: Resultados obtidos do comprimento, diâmetro equivalente e esbelteza.

Tipo Fibra	l (mm)		A _{fn} (mm ²)		d _e (mm)		λ _e		St.Dev
	Intervalo	Média	Intervalo	Média	Intervalo	Média	Intervalo	Média	
304 (35)	33,68-37,41	35,72	0,22-0,32	0,27	0,75-0,90	0,83	41,13-45,06	43	1,70
304 (25)	25,81-28,37	27,05	0,21-0,41	0,29	0,74-1,02	0,87	28,25-35,11	32	2,20
446 (35)	34,04-36,66	35,66	0,19-0,55	0,38	0,71-1,18	0,90	30,93-48,36	38	5,60
310 (35)	34,15-35,56	35,02	0,29-0,36	0,31	0,84-0,95	0,90	36,93-41,26	39	1,90
Gancho (35)	33,39-33,68	33,56	-	-	0,65-0,68	0,67	49,13-51,82	50	1,02
Gancho (25)	25,50-25,58	25,54	-	-	0,51-0,56	0,54	45,66-50,00	47	1,47

l - Comprimento; d_e - Diâmetro equivalente; A_{fn} - Área de secção de corte; λ_e - Esbelteza equivalente; St.Dev - Desvio padrão da esbelteza.

Verifica-se que o comprimento nominal e o medido são muito próximos, sendo que as fibras em estudo têm 26 ± 1 mm ou 35 ± 1 mm.

Para o cálculo do diâmetro equivalente das fibras ME foi necessário obter os valores da média da área de secção de corte de cada uma das fibras de forma a ser possível aplicar a equação 6 e calcular o diâmetro equivalente. Os valores de diâmetro equivalente obtidos para as fibras ME foram assim superiores aos obtidos para as fibras de ganchos.

As médias calculadas das esbeltezas equivalentes mostram que as fibras ME apresentam menores valores comparativamente às fibras de ganchos e que estes valores aumentam com o comprimento nominal das fibras, ou seja, as fibras (25) possuem menor esbelteza que as fibras (35). Também se verificou que o facto de se ter tido em conta as diferentes secções de corte das fibras levou à obtenção de menores valores de esbelteza por parte das fibras ME. Isto está de acordo com o verificado na prática e na literatura, em que as fibras ME são descritas como tendo maior grau de trabalhabilidade, ou seja, os tempos necessários para se atingir a compactação do compósito são menores, e também são descritas como tendo maior facilidade em se separarem umas das outras evitando a formação de aglomerados de fibras [34]. Este comportamento é característico de fibras de menor esbelteza.

As fibras ME apresentaram valores de desvios padrão da esbelteza mais elevados, característico do seu processo produtivo.

Pela Tabela 10 é possível verificar que a diferença entre os valores obtidos e os fornecidos das fibras de ganchos, estão todos dentro da tolerância máxima de 10% para o comprimento e diâmetro, e de tolerância máxima de 15% para a esbelteza, em conformidade com a norma ASTM A820.

Tabela 10: Resultados obtidos das tolerâncias impostas pela norma ASTM A820 [33].

Tipo Fibra	ln (mm)		Tol (%)	d (mm)		Tol (%)	λ_n		Tol (%)
	Fornecido	Obtido		Fornecido	Obtido		Fornecido	Obtido	
Gancho (25)	25,00	25,54	2,12	0,55	0,54	1,83	45,00	47,44	5,28
Gancho (35)	35,00	33,56	4,20	0,70	0,67	4,37	50,00	50,35	0,70

IV.2. Caracterização microestrutural, superficial e volúmica

IV.2.1. Fibra 304

Após a obtenção das microestruturas de cada amostra, recorrendo a um microscópio ótico, estas foram analisadas utilizando diagramas pseudo binários. Estes são construídos recorrendo a diagramas ternários das fases em estudo. Através dos diagramas pseudo binários é possível visualizar a fase primária de solidificação, consoante a composição e a temperatura. Sabendo a fase primária de solidificação será

mais provável a correta identificação da fase ou fases presentes na microestrutura e da sua morfologia.

A Figura 26 mostra parte da microestrutura obtida da fibra 304. Esta aparenta ser austenítica sem presença de fase delta-ferrítica e de carbonetos, suprimidos pela solidificação extremamente rápida. Consultando a Tabela 6 é possível verificar a composição da fibra e colocá-la num diagrama pseudo binário, Figura 25, de forma a apoiar a descrição feita para esta microestrutura. Neste diagrama é visível a zona onde se encontra a fibra, sendo que esta começa a solidificar primeiramente em zonas de equilíbrio misto com presença de delta-ferrite e austenite, tornando-se austenítica com a diminuição da temperatura. Como a solidificação foi extremamente rápida, o desenvolvimento da microestrutura não se comportou como em equilíbrio, evitando as zonas mistas e diminuindo severamente a quantidade de delta-ferrite presente. Outro fator importante é a quantidade de carbono presente nesta fibra. A percentagem de carbono utilizada na liga 304 não ultrapassa os 0,3% devido ao limite de solubilidade do carbono, contudo, com uma solidificação extremamente rápida a solubilidade do carbono pode aumentar para limites de 0.9% justificando assim o valor de 0,5% desta fibra [39]. O carbono é um estabilizador fortíssimo da austenite, aumentando ainda mais a sua zona de equilíbrio. O Cr(eq) e o Ni(eq), foram calculados recorrendo às equações 1 e 2, respetivamente com os valores das composições das fibras dadas na Tabela 6. Os valores encontrados de Cr(eq) foram de 26 e Ni(eq) de 25 sendo que a razão Cr/Ni foi de 1,04. Segundo a literatura, valores de índice abaixo de 1,25 apresentam microestrutura austenítica [40].

A morfologia da secção dos grãos aparenta ser de polígonos relativamente equiaxiais, com algumas fronteiras de grão a não aparecerem visíveis, possivelmente por o ataque químico não ter sido o mais adequado ou o tempo de ataque não ter sido suficiente. A presença de pitadas pretas deve-se à oxidação imposta pelo ataque químico e de alguma sujidade presente na lente do microscópio.

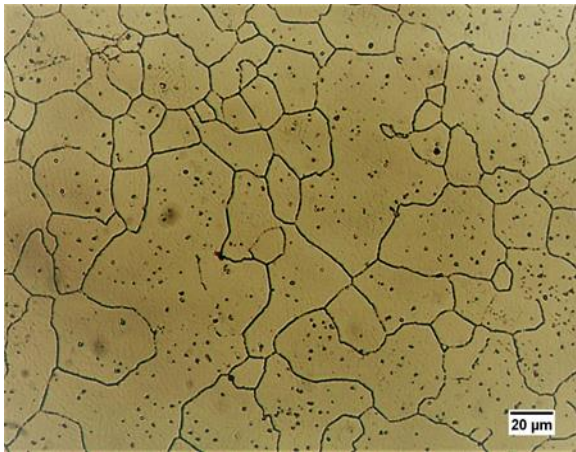


Figura 26: Microestrutura obtida da liga 304. Tempo de ataque químico 20s.

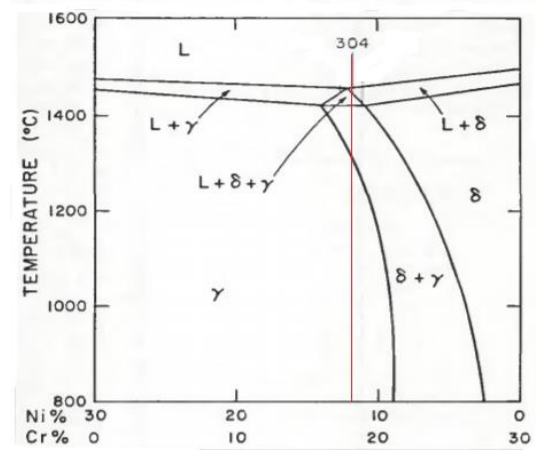


Figura 25: Diagrama pseudo binário de composições aproximadas de um diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni com 70% Fe [35]. A linha vermelha indica a composição da liga 304.

A Figura 27, mostra as imagens superficiais obtidas da fibra 304. Observando a superfície da fibra esta aparenta ter uma camada de oxidação, evidenciada na Figura 27.a) e Figura 27.b). Também é possível verificar que esta superfície apresenta uma textura acidentada, com presença de inclusões. A morfologia da superfície corresponde à camada de óxido formada que é visível mesmo a olho nu ao longo de praticamente toda a fibra.

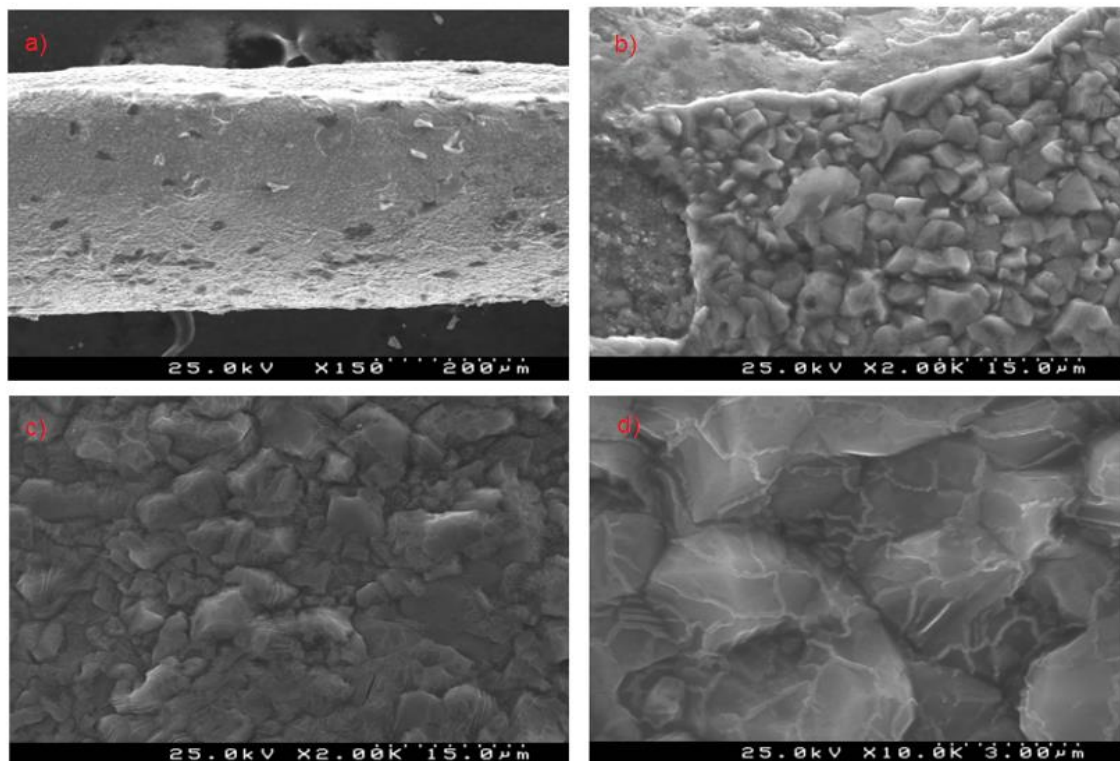


Figura 27: Imagens de microscopia superficiais da fibra 304 obtidas no SEM.

A superfície da amostra da fibra 304 foi submetida a quantificação elemental por EDS, sendo os respectivos resultados apresentados na Figura 28 e na Tabela 11, onde se apresenta a percentagem ponderal de cada elemento. Após a sua análise, verificou-se a presença dos elementos metálicos maioritários, essencialmente Fe, seguido do Cr e do Ni. Detetou-se também um pico significativo de oxigénio, o que sugere, de acordo com o atrás discutido, que os elementos metálicos da superfície estão combinados na forma de óxidos. Os resultados da análise química superficial da fibra 304 ficam, contudo, aquém do espectável para os elementos Cr, Ni e Si comparativamente às composições fornecidas na Tabela 6. A camada de óxido presente terá possivelmente impedido uma correta obtenção das composições desta fibra visto análise química ter sido apenas superficial.

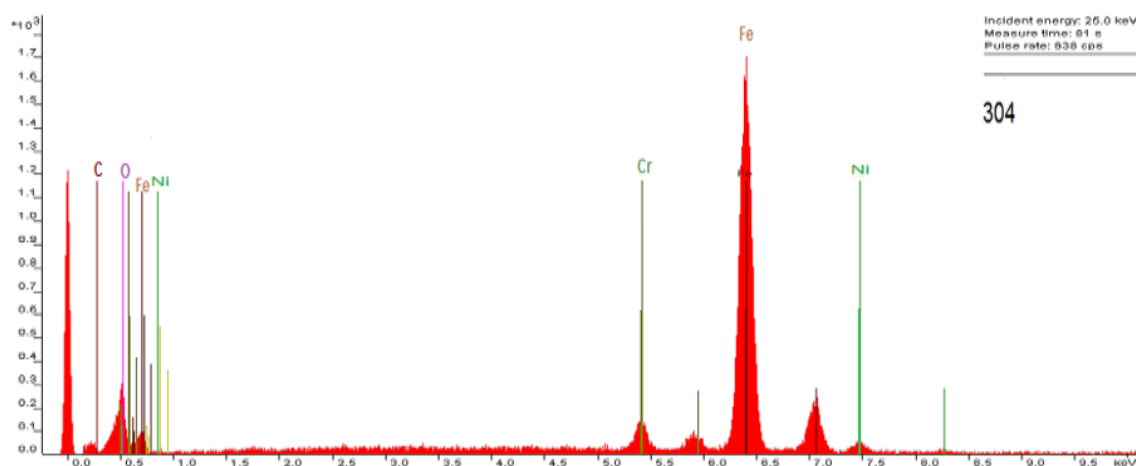


Figura 28: Espectro de EDS da superfície da fibra 304.

Tabela 11: Resultados da análise química por EDS na superfície das fibras 304, 310, 446 e ganchos (% ponderal).

Tipo Fibra	Elementos				
	Fe	Cr	Ni	Al	Si
304	76,08	3,46	3,07	-	-
310	48,56	22,26	12,9	-	1,54
446	65,09	24,83	-	-	1,55
Ganchos	64,8	21,54	-	2,46	-

Na Figura 29, encontram-se imagens de perfis de rugosidade em 2D e 3D da fibra 304, na superfície convexa (a)) e superfície côncava (b)).

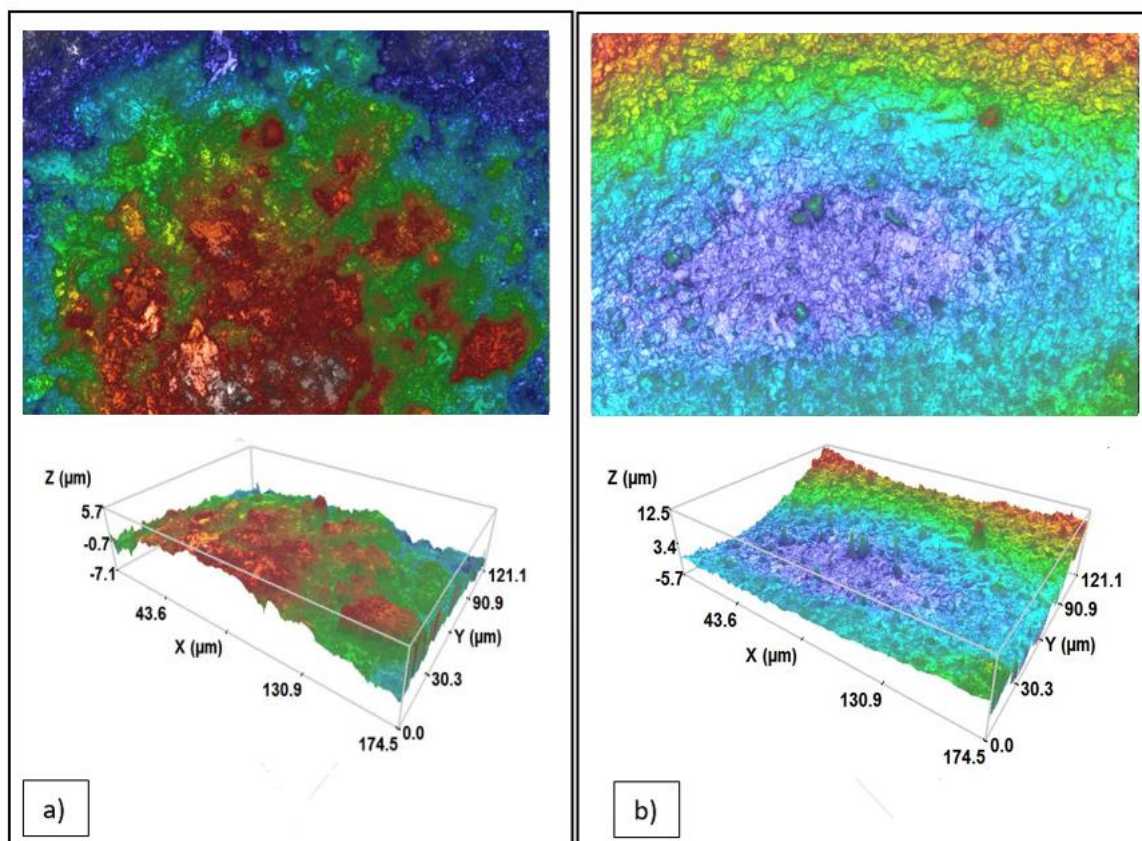


Figura 29: Perfil de rugosidade da amostra de fibra 304; a) perfil 2D e 3D da superfície convexa da amostra e em b) perfil 2D e 3D da superfície côncava da amostra, ambas para ampliações de 100x.

Os perfis de rugosidade confirmam uma superfície com textura acidentada encontrada em fibras fabricadas por processo de solidificação rápida. Os valores de z variam superficialmente entre $5,7 \mu\text{m}$ e $-7,1 \mu\text{m}$, e interiormente entre $12,5 \mu\text{m}$ e $-5,7 \mu\text{m}$. Os valores de rugosidade média, S_a , foram os mais elevados de todas as fibras utilizadas. É possível que os valores elevados registados sejam consequência da presença da camada de oxidação discutida anteriormente.

Tabela 12: Valores da média aritmética de rugosidade superficial, S_a , das fibras utilizadas.

Fibra	304		310		446		Ganchos
Superfície	Convexa	Côncava	Convexa	Côncava	Convexa	Côncava	-
$S_a (\mu\text{m})$	2,043	2,736	1,219	1,168	0,586	1,257	1,705

Por forma a verificar a estabilidade química da fibra 304, foi realizada uma análise termogravimétrica e térmica diferencial (ATG/ATD). Neste ensaio utilizou-se o aparelho (Setaram Labsys) e uma temperatura máxima de 1200°C com $5^\circ\text{C}/\text{min}$ de taxa de

aquecimento. Os resultados indicaram estabilidade da fibra até 1200°C não se detetando variações significativas de massa (Anexo F). Consultando a Tabela 6 verifica-se que a temperatura crítica de oxidação para um serviço contínuo dado pelo fornecedor foi de 1100°C. Das fibras utilizadas, esta é a que apresenta menor temperatura de serviço sendo que todas indicam uma grande estabilidade química.

IV.2.2. Fibra 310

A microestrutura da fibra 310, Figura 30, aparenta ser também austenítica mostrando uma estrutura mais refinada do que a fibra 304, sem presença de outras fases. O diagrama da Figura 31 mostra a posição da fibra em termos de composição, obtida Tabela 6. A maior percentagem tanto de níquel como de carbono relativamente à liga 304 aumentam a zona de estabilidade da austenite não dando espaço à formação de delta ferrite. O Cr(eq) e o Ni(eq), foram calculados recorrendo às equações 1 e 2, respetivamente com os valores das composições das fibras dadas na Tabela 6. Os valores encontrados de Cr(eq) foram de 32 e Ni(eq) de 37 sendo que a razão Cr/Ni de 0,86, reforçando a tese de uma microestrutura austenítica. Relativamente à morfologia, o facto das fronteiras de grão não estarem completamente reveladas não permite tirar uma conclusão objetiva sendo que o grão aparenta ser equiaxial em certas zonas da microestrutura.

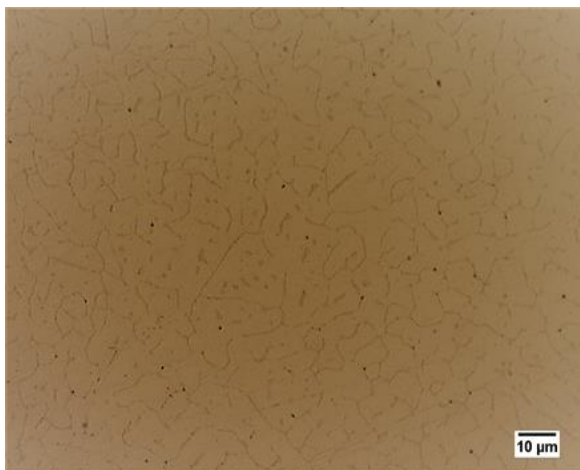


Figura 30: Microestrutura obtida da liga 310. Tempo de ataque químico 10s.

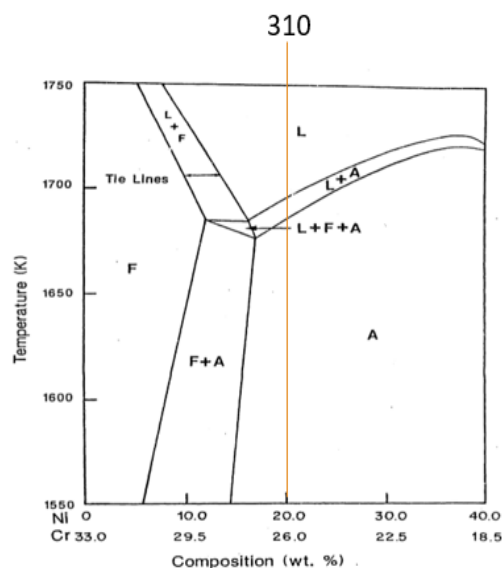


Figura 31: Diagrama pseudo binário de composições aproximadas de um diagrama de fases ternário Fe-Cr-Ni com 70% Fe [35]. Linha amarela representativa da composição da liga 310.

Relativamente às imagens obtidas da superfície da fibra 310 por SEM, Figura 32, esta mostra uma superfície aparentemente mais lisa sem se observar claramente a camada de oxidação detetada na fibra 304, continuando, todavia, a ter uma textura superficial acidentada com presença de possíveis inclusões metálicas. O contorno/perímetro da fibra apresenta irregularidades e a forma do grão aparenta ser nodular.

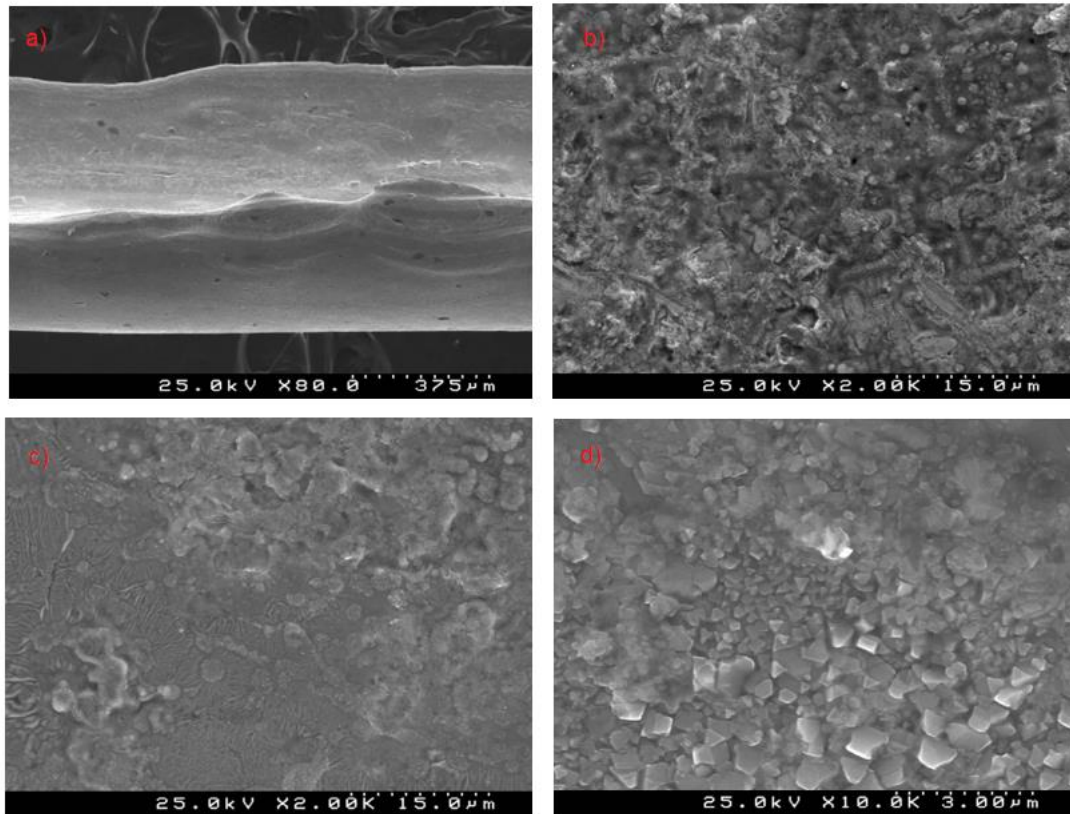


Figura 32: Imagens de microscopia superficiais da fibra 310 obtidas no SEM.

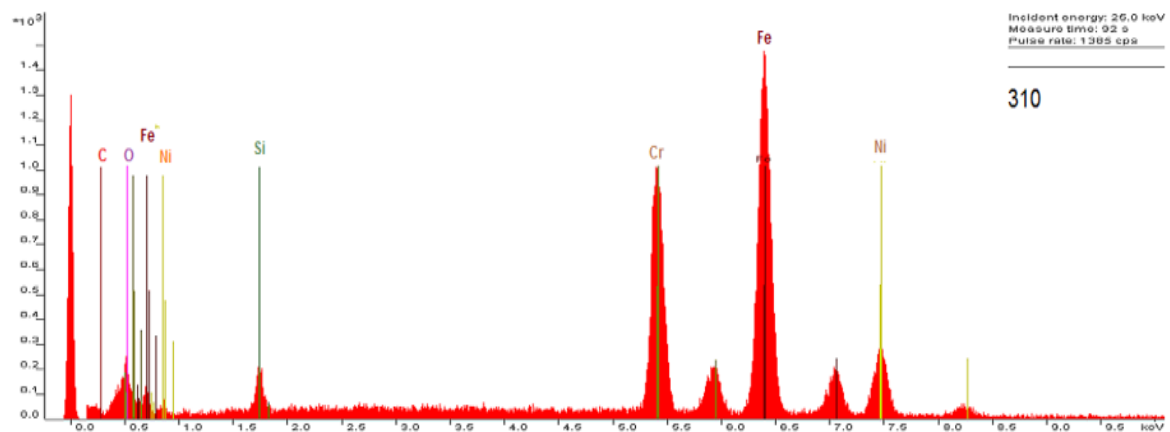


Figura 33: Espectro de EDS da superfície da fibra 310.

A superfície da amostra da fibra 310 foi submetida a quantificação elemental por EDS, sendo os respectivos resultados apresentados na Figura 33 e na Tabela 11, onde se apresenta a percentagem ponderal de cada elemento. Verificou-se a presença de elementos metálicos maioritários, essencialmente Fe, seguido do Cr e do Ni. Detetou-se ainda o elemento Si. A presença do Fe não foi tão acentuada como a da fibra 304 devido à maior presença de Ni, estando os diferentes elementos de acordo com a composição do fornecedor sendo que a percentagem ponderal do elemento Ni ficou um pouco abaixo do espectável. Relativamente ao perfil de rugosidade da fibra 310, Figura 33, esta mostra também uma superfície rugosa, com uma variação de valores de z na superfície convexa entre 3,3 μm e -4,9 μm , e na côncava entre 4,5 μm e -3,9 μm . Em comparação com a fibra 304 esta apresenta uma rugosidade média inferior, Tabela 12.

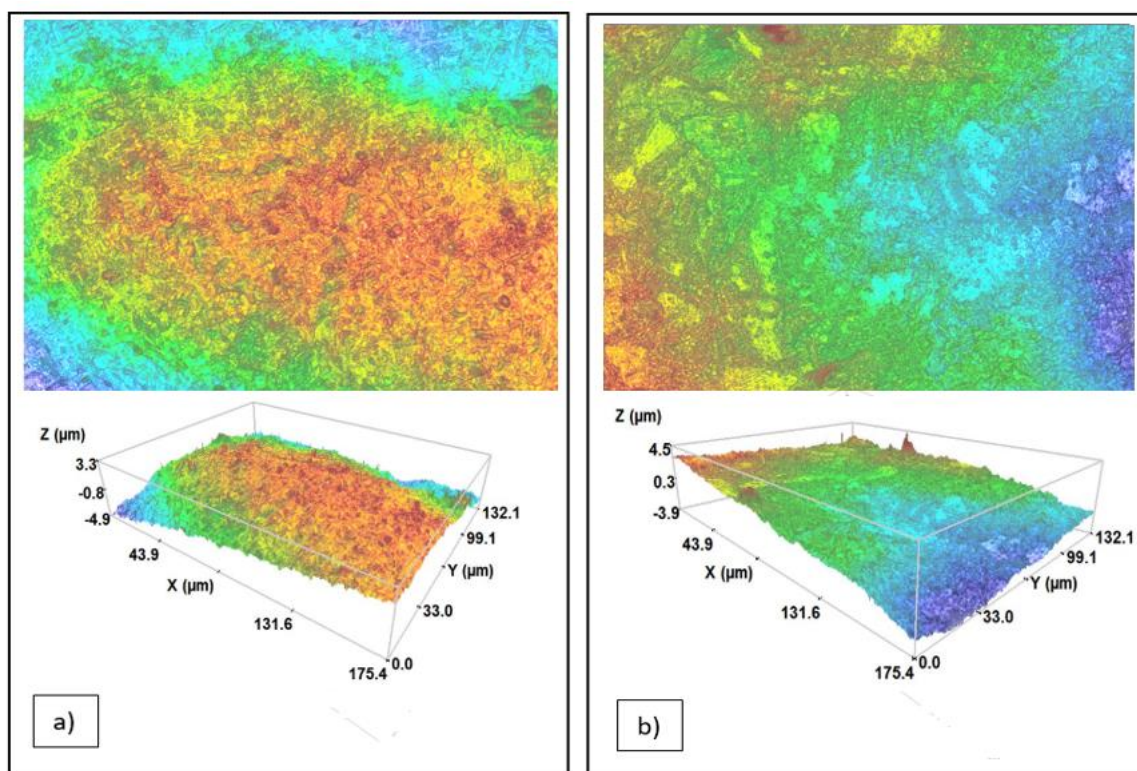


Figura 34: Perfil de rugosidade da amostra de fibra 310; a) perfil 2D e 3D da superfície da amostra e em b) perfil 2D e 3D do interior da amostra.

IV.2.3. Fibra 446

A Figura 36 mostra a microestrutura obtida da fibra 446. Esta aparenta ser ferrítica com a presença de agulhas de austenite. O Cr(eq) e o Ni(eq), foram calculados recorrendo às equações 1 e 2, respetivamente com os valores das composições das fibras dadas na Tabela 6. Os valores encontrados de Cr(eq) foram de 32 e Ni(eq) de 13,5, sendo que a

razão Cr/Ni foi de 2,38, valor atribuído a uma matriz ferrítica. A presença de austenite não vai de encontro ao representado pelo diagrama da Figura 35, no entanto, uma possível justificação é a de que dadas as elevadas velocidades de solidificação no processo ME, a cinética de crescimento epitaxial da austenite metaestável pode sobrepor-se à formação da fase de equilíbrio primária da ferrite dependendo da concentração de crómio e carbono presentes nas zonas. Esta austenite ao formar-se será através das fronteiras de grão ferrítico [13]. A presença de carbono e de níquel, pode contribuir para a formação da austenite verificada.

A estrutura aparenta não ser tão refinada como as anteriores, tendo o grão uma morfologia poligonal.

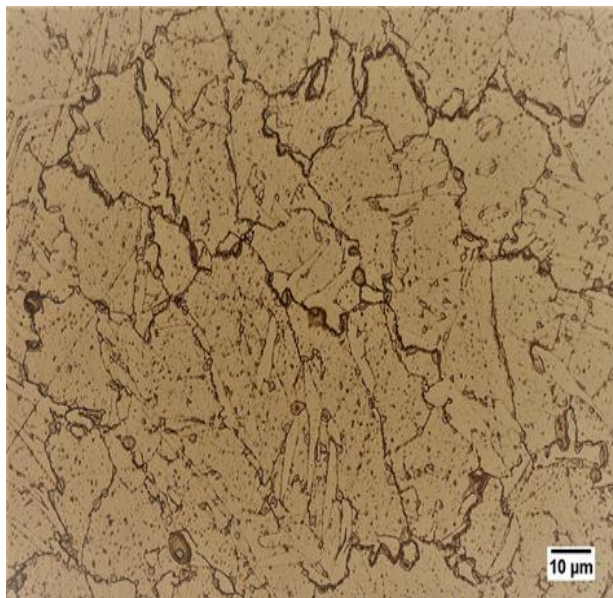


Figura 36: Microestrutura obtida da liga 446. Tempo de ataque químico 20s.

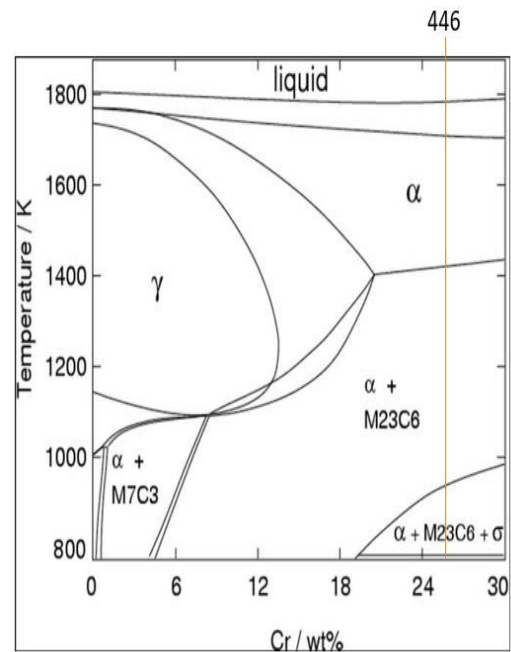


Figura 35: Diagrama pseudo binário de Fe-Cr para 0.1%C [37]. Linha amarela representativa da composição da liga 446.

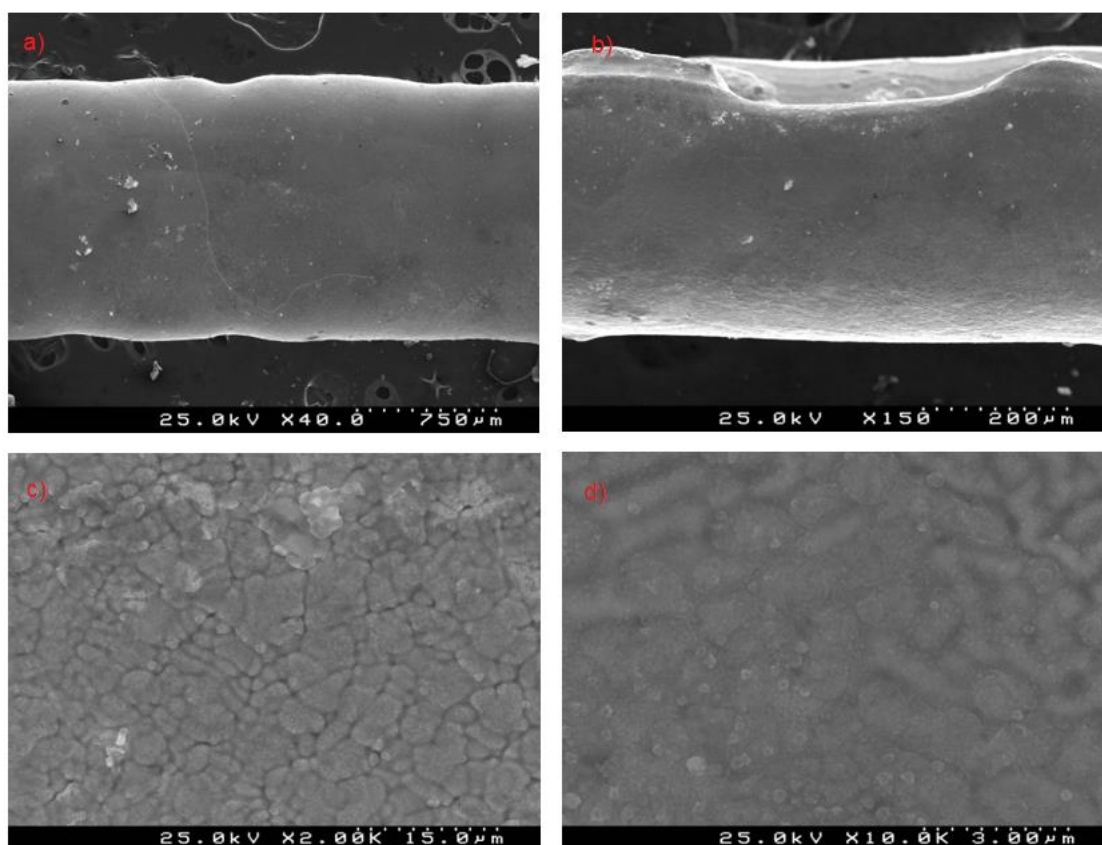


Figura 37: Imagens de microscopia superficiais da fibra 446 obtidas no SEM.

A Figura 37 diz respeito às imagens superficiais da fibra 446 obtidas pelo SEM. A superfície apresenta uma textura superficial muito parecida à da fibra 310 com um perímetro também irregular. De uma maneira geral, as fibras produzidas por ME apresentaram uma textura superficial rugosa, com presença de inclusões, e um contorno/perímetro irregular. Estas características estão de acordo com o encontrado na literatura para fibras obtidas por este processo de fabrico. Estas peculiaridades das fibras ME resultam numa maior interligação mecânica com a matriz cimentícia. A rápida solidificação decorrente deste processo causa assim uma textura superficial acidentada que melhora a ligação por adesão e fricção entre a fibra e a matriz [34].

A superfície da amostra da fibra 446 foi submetida a quantificação elementar por EDS, sendo os respetivos resultados apresentados na Figura 38 e na Tabela 11. Verificou-se a presença dos elementos metálicos maioritários, nomeadamente Fe e Cr. Foi também detetada o elemento Si. Esta análise vai ao encontro da composição fornecida.

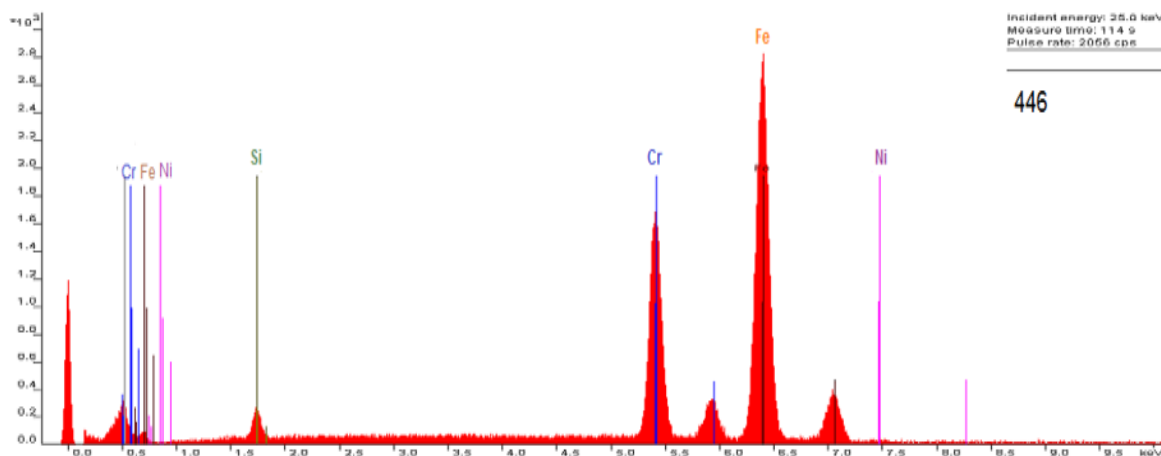


Figura 38: Espectro de EDS da superfície da fibra 446.

A fibra 446, Figura 39, apresenta também ela uma textura superficial acidentada, com valores de z a variar superficialmente entre $1,9 \mu\text{m}$ e $-3,2 \mu\text{m}$, e interiormente entre $5,2 \mu\text{m}$ e $-3,6 \mu\text{m}$. Os valores da rugosidade média, S_a , foram inferiores às restantes fibras principalmente na superfície convexa, Tabela 12.

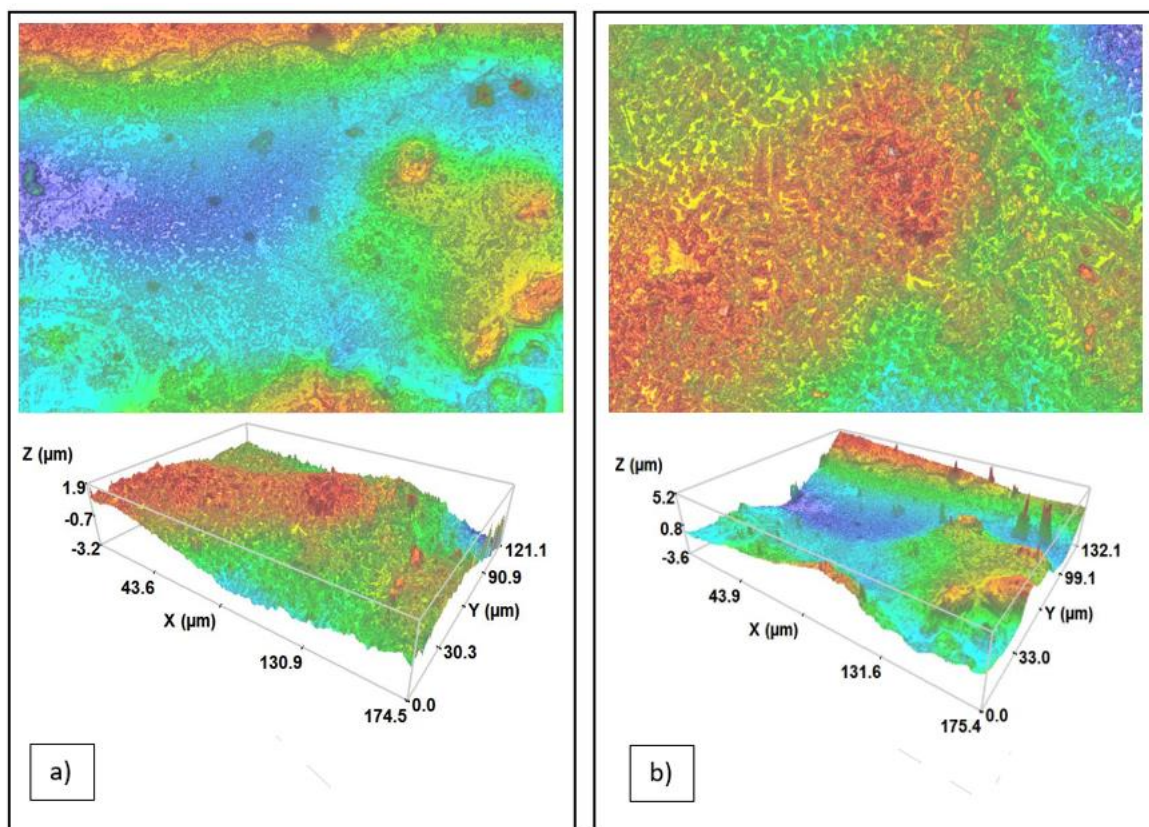


Figura 39: Perfil de rugosidade da amostra de fibra 446; a) perfil 2D e 3D da superfície convexa da fibra e em b) perfil 2D e 3D da superfície côncava da fibra, ambas para ampliações de 100x.

IV.2.4. Fibra ganchos

A microestrutura da fibra de ganchos está presente na Figura 41. Aparece ser uma microestrutura ferrítica, com a presença de grãos direcionados de acordo com a direção do estiramento sofrido no processo de produção, e aparenta haver a presença de carbonetos (zonas pretas). Consultando a Tabela 6 e a Figura 40, a matriz é ferrítica sem presença de austenite, desde a temperatura líquidus até à temperatura ambiente. O Cr(eq) e o Ni(eq), foram calculados recorrendo às equações 1 e 2, respetivamente. Os valores encontrados de Cr(eq) foram de 54 e Ni(eq) de 1,8 sendo que a razão Cr/Ni foi de 30, evidenciando uma matriz ferrítica. Este valor muito elevado deve-se ao efeito estabilizador CCC do Cr para o qual contribui também o Al sendo que a presença de Ni é residual.

Adições de crómio e alumínio são essenciais para melhorar a resistencia à oxidação a temperaturas elevadas formando uma camada protetora e contínua de alumina (Al_2O_3) à superfície. Este efeito aumenta com o aumento de quantidades de crómio e alumínio. A adição de crómio deve-se ainda ao facto de reduzir a quantidade de Al necessário para formar a camada protetora. O balanceamento destas quantidades é necessário não só pelo efeito protetor contra a oxidação, mas também para evitar fases frágeis como σ -FeCr ou α' -Cr, minimizando o conteúdo de crómio [41]. A adição de alumínio aumenta o limite de solubilidade do crómio e da estabilidade da ferrite, também visível no diagrama.



Figura 41: Microestrutura obtida da liga ganchos. Tempo de ataque químico 20s.

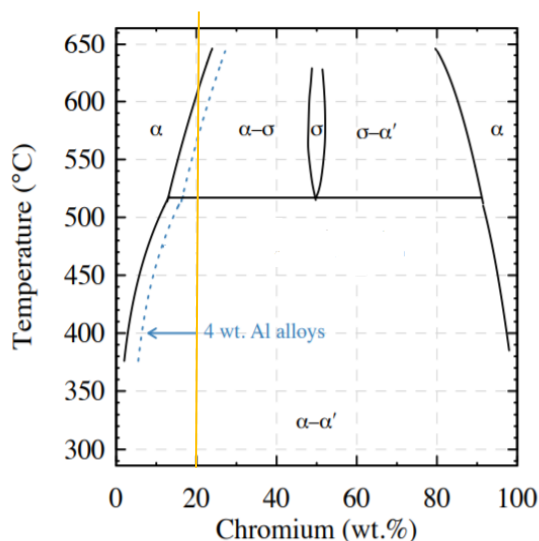


Figura 40: Diagrama de fases binário Fe-Cr com efeito da adição de 4 wt. % de Al.[38].

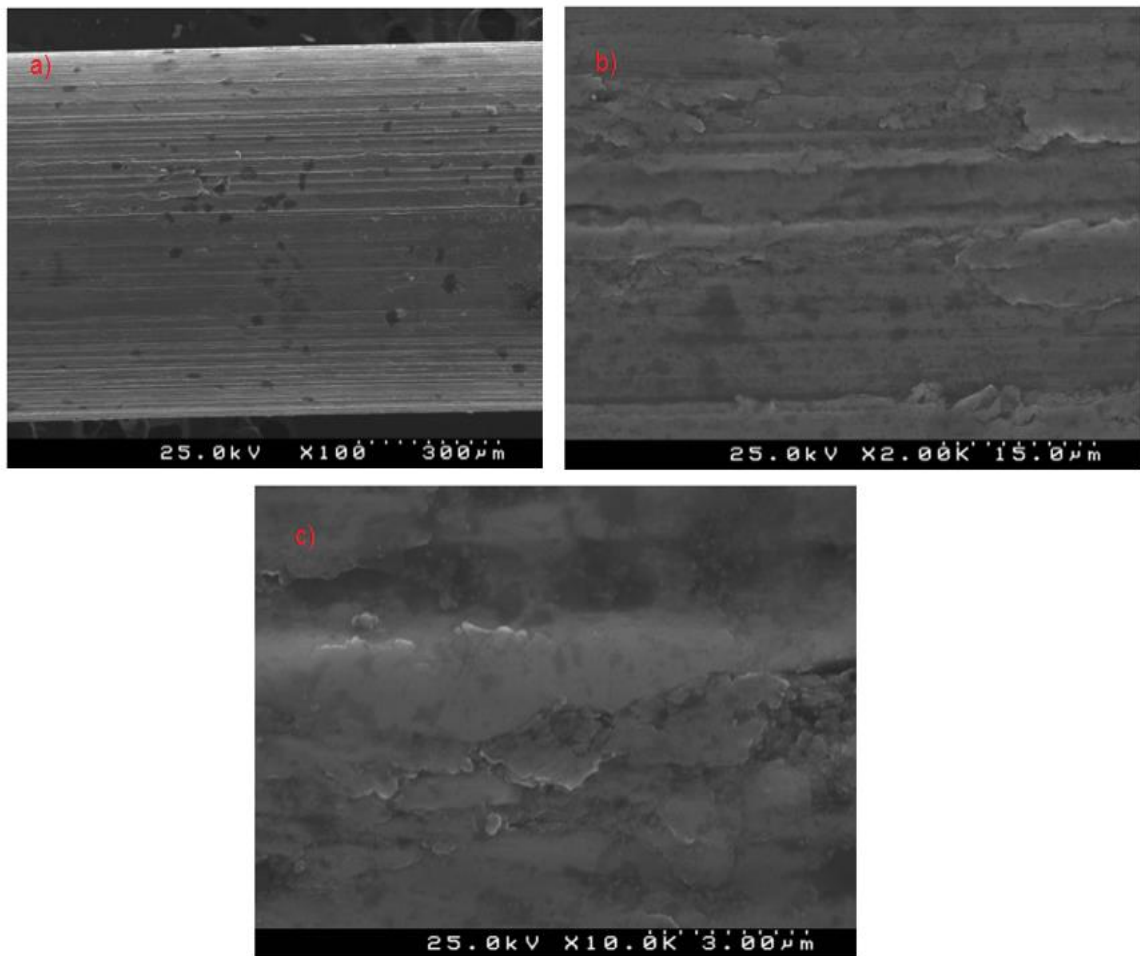


Figura 42: Imagens de microscopia superficiais da fibra de ganchos obtidas no SEM.

A Figura 42 mostra as micrografias das fibras de ganchos obtidas por trefilagem a frio. São visíveis marcas longitudinais de uma superfície que sofreu um processo de estiramento, contendo ainda um perímetro regular. Não aparenta haver grãos com forma definida nem fronteiras de grão, devido possivelmente à ação exercida pelas forças de tensão de estiramento. Os pontos pretos serão possivelmente compostos intermetálicos presentes na liga Fe-Cr-Al.

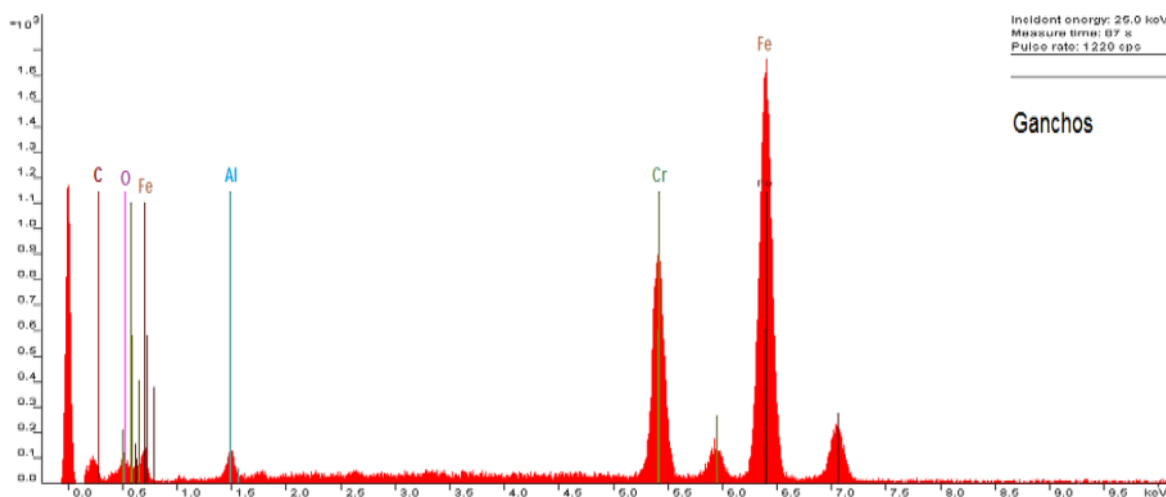


Figura 43 Espectro de EDS da superfície da fibra de ganchos.

Após a análise do espectro de EDS da fibra de ganchos, Figura 43, verificou-se a presença dos elementos metálicos maioritários, essencialmente Fe, seguido do Cr e do Al. Esta análise esteve de acordo com a composição fornecida, Tabela 6, sendo que a percentagem ponderal de Al ficou um pouco abaixo do espectável.

Para a fibra de ganchos, a Figura 44 mostra que esta apresenta rugosidades médias, próximas das outras fibras, Tabela 12. A diferença mais acentuada encontra-se na morfologia da superfície sendo que, pelo perfil 2d da fibra de ganchos, verifica-se que esta apresenta-se menos acidentada e em forma de sulcos resultantes de um processo de fabrico diferente das fibras ME.

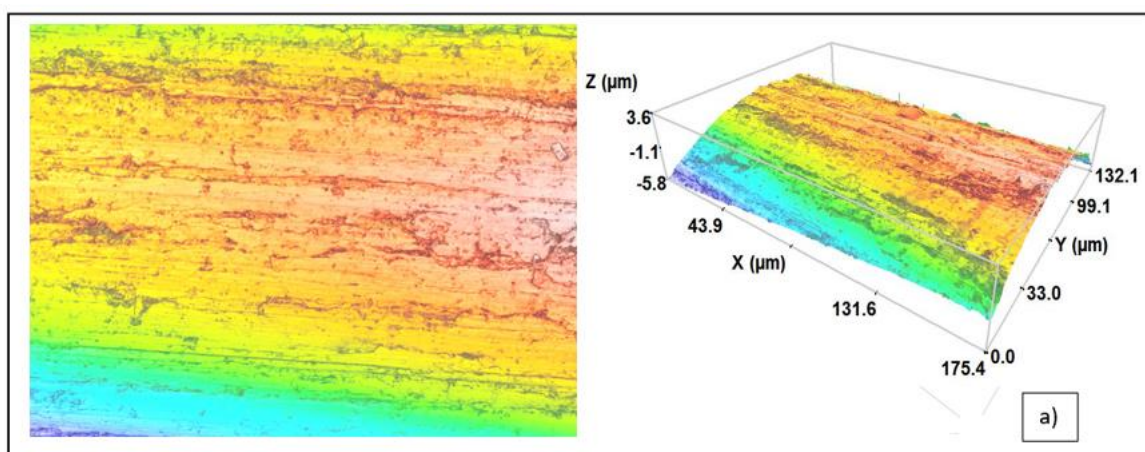


Figura 44: Perfil de rugosidade da amostra de fibra de ganchos; a) perfil 2D e 3D da superfície da amostra, ambas para ampliações de 100x.

IV.3. Caracterização física, mecânica e de expansão térmica dos compósitos

Os resultados obtidos relativamente à porosidade aberta, densidade aparente, volume percentual das fibras, resistência à flexão e resistência à compressão dos compósitos encontram-se na Tabela 13. Estes valores foram fornecidos pela empresa, visto os provetes só terem chegado à fábrica meses depois do estágio, sendo que não estive presente nos ensaios nem foi fornecida informação suficiente para uma análise rigorosa como por exemplo, os erros associados aos testes mecânicos, logo a discussão seguinte será apenas superficial.

Os valores da densidade aparente foram mais elevados com reforço de fibras como seria de esperar visto que a maior densidade do aço ($7,8\text{g/cm}^3$) relativamente à da pasta ($2,25\text{g/cm}^3$) faz com que o valor final da densidade do compósito aumente pela lei das misturas. Aplicando esta lei, equação 11, verificou-se que o volume de fibras, V_f , se situa entre os 18% e os 23% estando relativamente abaixo dos 30% pretendidos. Esta discrepância pode ser explicada pelas diferentes condições existentes entre uma escala laboratorial e industrial, contudo, espera-se que o comportamento das fibras seja o mesmo para ambas as situações. Tendo em conta o processo de fabrico das fibras verificou-se que os compósitos com fibras produzidas por melt extraction (ME) apresentaram menores valores de densidade aparente relativamente aos compósitos com fibras produzidas por trefilagem a frio (Ganchos). Apesar das fibras ME possuírem menor esbelteza, Tabela 9, e de terem assim maior grau de trabalhabilidade, o valor das densidades obtidas foi menor. Já as fibras com menor comprimento (25mm), e menor esbelteza de ambos os processos foram as que obtiveram maiores valores de densidade, concluindo-se assim que o comprimento das fibras parece ser determinante no seu empacotamento no compósito. A diferença entre a proporção de fibras por área e o comprimento é visível quando se compara os compósitos 304(35) e 304(25), Figura 45.a) e Figura 45.b), e os compósitos Ganchos(35) e Ganchos(25), Figura 45.c) e Figura 45.d), respetivamente sendo que se observa uma menor quantidade de fibras nos compósitos com fibras de ~35mm de comprimento.

Tabela 13: Resultados da densidade aparente, ρ , porosidade aberta, ϕ , volume de fibras, V_f , esbelteza, λ_e , resistência à flexão, σ_{flex} , e resistência à compressão, σ_{comp} , obtidos para o compósito em estudo e fornecidos para a pasta sem reforço.

Compósitos	ρ (g/cm ³)	ϕ (%)	V_f (%)	λ_e	σ_{flex} (MPa)	σ_{comp} (MPa)
ME 304 (35)	2,98	13	19	43	14	104
ME 304 (25)	3,29	10	23	32	7	123
ME 446 (35)	3,12	11	20	38	8	120
ME 310 (35)	3,06	9	18	39	12	95
Ganchos (35)	3,25	11	20	50	16	143
Ganchos (25)	3,31	10	23	47	25	156
Matriz s/ fibras	2,25	27	-	-	23	92

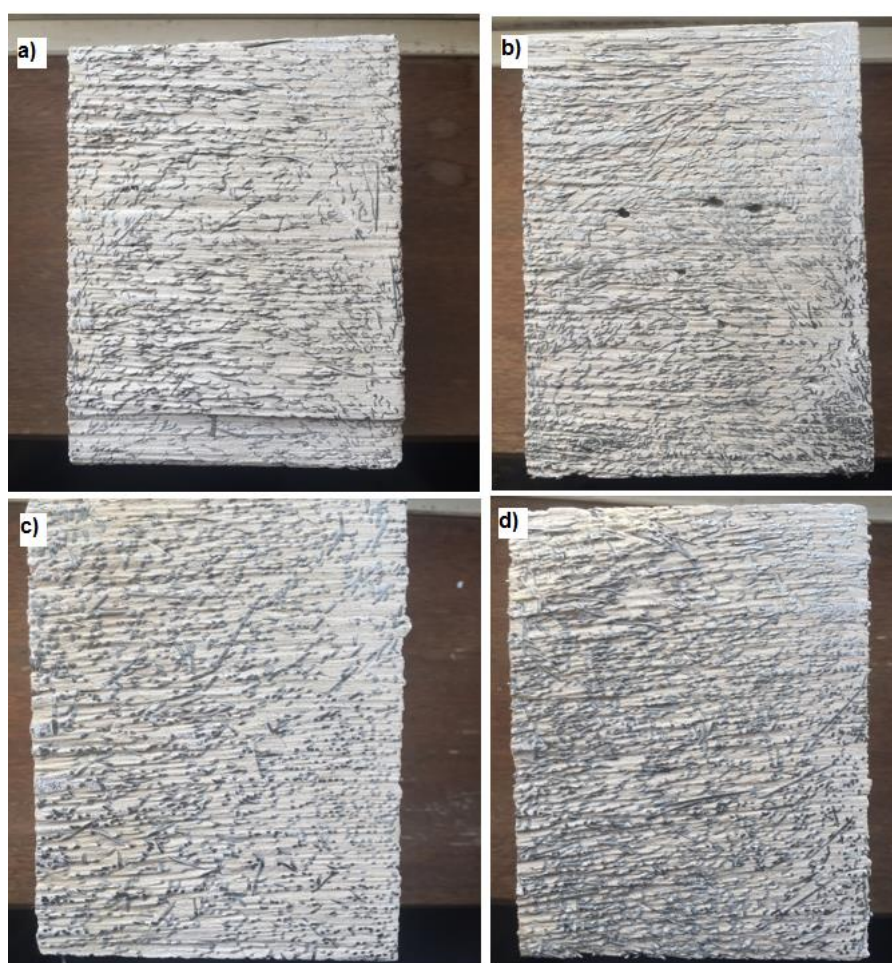


Figura 45: Cortes transversais de provetes utilizados em que a) fibra 304(35) b) fibra 304(25) c) Ganchos(35) e d) Ganchos(25).

Consultando a Tabela 13 relativamente à porosidade aparente, ϕ , que inclui a porosidade da pasta mais defeitos de superfície do compósito, verifica-se que esta é menor com o reforço de fibras metálicas. O aspeto que possivelmente contribuiu mais para a diminuição da porosidade foi o maior tempo de vibração durante o processo de enchimento, existindo apenas uma ligeira variação entre os compósitos com diferentes tipos de fibras. Contudo, entre os diferentes tipos de reforço não aparenta haver qualquer tipo de tendência, Figura 46. Observa-se ainda e como previsto, que o volume de fibras nos compósitos aumentou para reforços com fibras de menor comprimento.

Os resultados da resistência máxima à compressão, σ_{comp} , foram mais favoráveis com reforço como seria de esperar. Isto deve-se essencialmente ao alto grau de reforço gerado pela presença de maior quantidade de fibras nos compósitos, Figura 46. Outro aspeto importante é a força de ligação entre a fibra-matriz já que quanto maior for, mais provável é a supressão do crescimento de microfissuras pelo compósito. A Tabela 14 mostra que houve um aumento de 51% entre o maior valor obtido pelo compósito com fibra ganchos(25) e o da matriz sem reforço. Os compósitos com fibras de ganchos obtiveram também as maiores resistências à compressão resultante de uma melhor ligação fibra-matriz influenciada pela ancoragem mecânica exercida pelos ganchos e possivelmente por uma melhor interligação entre estas fibras. Relativamente aos resultados da resistência máxima à flexão, σ_{flex} , os valores deram abaixo do espectável sendo que a adição de fibras baixou a resistência do compósito com exceção do compósito com a fibra de ganchos(25). É possível que dado o elevado volume de fibras utilizado, que a ligação entre a fibra-matriz possa ter diminuído devido à falta de betão entre as fibras levando a uma resistência à flexão do compósito menor. Quanto à influência do tipo e comprimento das fibras verificou-se que os compósitos com as fibras de ganchos obtiveram os melhores resultados demonstrando que quanto maior a ligação fibra-matriz maior a resistência à flexão. Relativamente ao valor superior de σ_{flex} obtido pelo compósito da fibra 304(35) relativamente aos outros compósitos com fibras ME poderá ser justificado pela maior ligação fibra-matriz visto ser a fibra com maior rugosidade, Tabela 12.

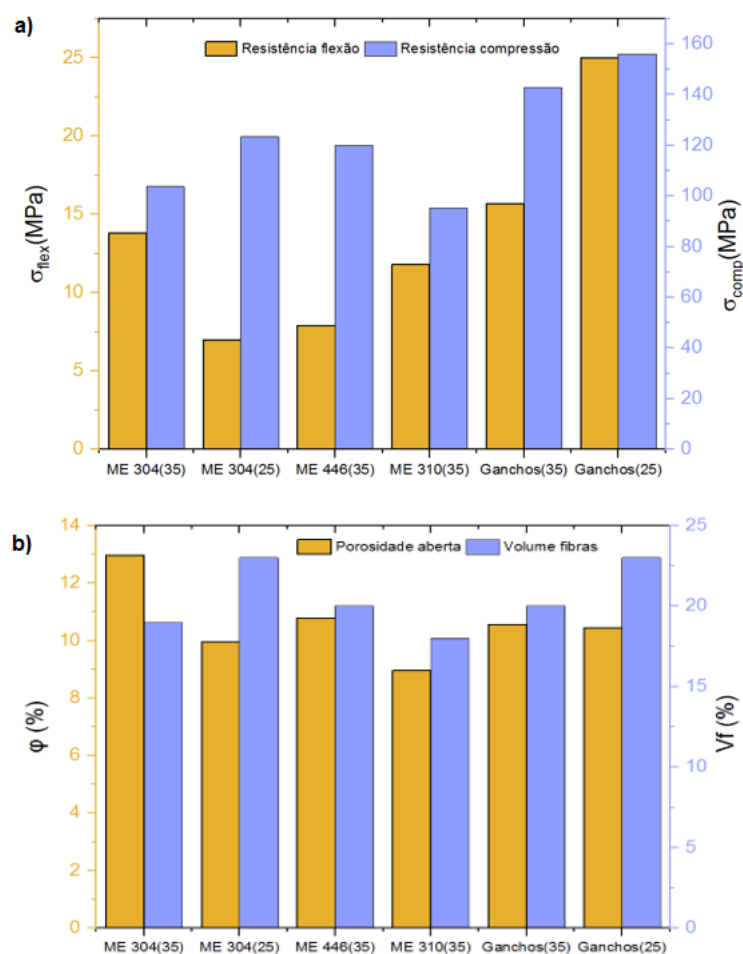


Figura 46: a) Comportamento mecânico dos compósitos em função do tipo de fibra; b) diferentes compósitos em função da porosidade aberta e do volume de fibras obtido.

Os resultados do ensaio de dilatometria encontram-se na Figura 47. De uma forma geral, as curvas apresentam um comportamento aproximadamente linear até 1200°C, resultado da expansão volúmica que os materiais são sujeitos quando expostos a variações de temperatura. Após 1200°C ocorre um crescimento linear muito mais elevado até 1400°C e durante toda a duração do patamar. Com a diminuição da temperatura, ocorre a retração dos materiais tendo esta um comportamento linear.

No aquecimento, até cerca de 1200°C os coeficientes de expansão são próximos das ligas metálicas, Tabela 14, o que significa que o compósito expande mais do que a matriz cerâmica criando microfissuras, o que é ainda mais significativo acima de 1200°C e no patamar por efeitos que se atribuem a reações de oxidação. Pela Tabela 15 verifica-se que as fibras oxidam bem para esses valores de temperatura, sendo a fibra 304 a que oxida mais, 6,6%. Contudo, os dados obtidos no ensaio de dilatometria mostram que o compósito 310 apresenta maior coeficiente de expansão térmica que o compósito 304,

sendo que apesar de a fibra 310 não oxidar tanto, que o compósito 310 tenha por outros motivos, desenvolvido maior quantidade de microfissuras.

No arrefecimento, os coeficientes de expansão térmica calculados são inferiores e com valores próximos nos diferentes compósitos, 5-9 ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), o que está na gama dos valores atribuídos à matriz cerâmica, 6-12 ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) [28].

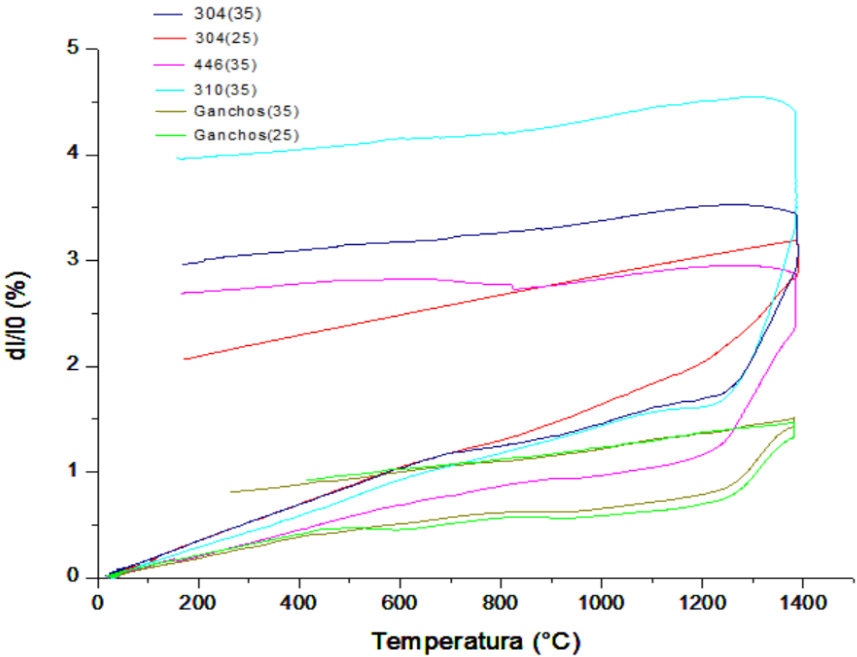


Figura 47: Comportamento à fluência dos compósitos em estudo recorrendo a um ensaio dilatométrico.

Tabela 14: Valores obtidos para a expansão térmica no aquecimento e arrefecimento dos compósitos e dos valores de referência para as ligas metálicas.

Compósitos	α ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)			
	25°C-1000°C	1200°C-1400°C	1200°C-25°C	25°C-870°C
				Fornecedor
ME 304 (35)	15	72	5	20
ME 304 (25)	16	47	9	20
ME 446 (35)	10	72	-	13
ME 310 (35)	15	94	5	19
Ganchos (35)	6	34	6	6
Ganchos (25)	5	40	6	6

Tabela 15: Diferença de massa entre as fibras 304,310 e Ganchos, a uma temperatura de patamar de 1350°C durante 1h com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

Fibras	m _{inicial} (g) ± 0,001	m _{final} (g) ± 0,001	Δm (%)
304	1,883	2,014	6,6
310	1,083	1,121	3,4
Ganchos	1,673	1,713	1,7

Capítulo V – Conclusões

O estágio decorreu na unidade industrial da Refractory Solutions INSERTEC, S.L.U. e provou ser uma mais valia em vários aspetos, desde o contacto com o ambiente empresarial, em que a resolução de problemas é feita a nível de grupo e em colaboração com diferentes departamentos e empresas, e em que tudo demora algum tempo. A comunicação tornou-se também um fator de extrema importância sendo que a experiência ainda foi mais produtiva neste aspeto, por ter que falar uma língua estrangeira.

Com vista à avaliação do impacto da adição de fibras de aço a um betão refratário foi efetuada uma caracterização destas fibras. Estas dividiram-se por diferentes composições: 304, 310, 446 e uma liga Fe-Cr-Al denominada de ganchos; e por processo produtivo nomeadamente melt extraction, ME, e trefilagem a frio. A nível dimensional, as fibras ME apresentaram variações significativas resultantes do seu processo de fabrico. Estas fibras obtiveram esbeltezas inferiores (30-40) comparativamente às fibras de ganchos (47-50), obtidas por trefilagem, derivado das diferentes áreas de secção de cada fibra sendo que a secção de corte das fibras ME deve ser considerada como um semicírculo de modo aos resultados serem coerentes com o que acontece na prática, ou seja, ao maior grau de trabalhabilidade que as fibras ME apresentam.

Ao nível microestrutural, verificou-se que as fibras ME apresentaram uma microestrutura refinada, com uma fase e grão bem definidos, dependendo da composição. As fibras 304 e 310 apresentaram uma microestrutura praticamente toda austenítica, enquanto que a fibra 446 apresentou uma microestrutura praticamente toda ferrítica. Já a fibra de ganchos apresentou uma microestrutura aparentemente ferrítica com os grãos alinhados longitudinalmente ao estiramento sofrido durante o seu processo produtivo. Relativamente à rugosidade superficial, verificou-se que a fibra 304 foi a que apresentou valores superiores possivelmente, pela elevada quantidade de óxido presente nesta fibra, evidenciada pelo SEM/EDS, comparado com as outras. Todavia constatou-se que as fibras ME apresentaram uma morfologia superficial mais acidentada e com um perímetro irregular comparativamente às fibras de ganchos, resultado do processo produtivo.

A porosidade aberta obtida foi menor para compósitos com reforço de fibras metálicas comparativamente com a matriz cerâmica.

Os resultados dos ensaios mecânicos de resistência à flexão e resistência à compressão dos compósitos apresentaram os melhores valores com a adição de fibras de ganchos. A maior influência das fibras, a temperatura ambiente, foi verificada para os ensaios de compressão.

Nos ensaios de dilatométrica, os melhores valores foram novamente obtidos para as fibras de ganchos. Estas apresentaram menores coeficientes de expansão térmica e menor tendência para oxidação o que faz prever a preservação de uma melhor tenacidade a temperaturas elevadas ou após serem submetidas a ciclos térmicos.

Um possível trabalho futuro seria o estudo do comportamento dos compósitos a ensaios como flexão a quente, choque térmico e oxidação, para diferentes atmosferas, de forma a completar o estudo, simulando-se de forma mais realista as condições a que estes compósitos estão sujeitos.

Bibliografia

- [1] A.E. Naaman, "Engineered Steel Fibres with Optimal Properties for Reinforcement of Cement Composites," *J. Adv. Concr. Technol.*, vol. 1, pp. 241–252, 2003.
- [2] S. R. Pomberton *et al.*, "The fracture energy of metal fibre reinforced ceramic composites," vol. 71, pp. 266–275, 2001.
- [3] "Refractory Solutions, INSERTEC." [Online]. Available: <http://www.insertec.biz>.
- [4] A. Nishikawa, "Technology of monolithic refractories," *Plibrico Japan Co. Ltd*, 1984.
- [5] W. E. Lee, W. Vieira, S. Zhang, K. Ghanbari, H. Sarpoolaky, and C. Parr, "Castable refractory concretes," *Int. Mater. Rev.*, vol. 46, 2001.
- [6] C. Parr, C. Wohrmeyer, and W. Steffes, "The use of calcium aluminate cements in monolithic refractories for steel applications," *Prague Int. Conf*, 2003.
- [7] V. Raghavan, *Physical Metallurgy: Principles and Practice*, 3rd ed. 2015.
- [8] G. E. Totten and M. A. H. Howes, *Steel Heat Treatment Handbook*. 1997.
- [9] D. J. Looft and E. C. V. Reuth, "Rapid solidification Processing: An Overview," in *Procs. Int. Conf. Rapid Solidification Processing: Principles & Technologies*, 1977.
- [10] W. R. Osorio, P. R. Goulart, G. A. Santos, C. M. Neto, and A. Garcia, "Effect of Dendritic Arm Spacing on mechanical properties and corrosion resistance of Al 9 Wt Pct Si and Zn 27 Wt Pct Al Alloy," *Met. Mater. Trans. A*, vol. 37, pp. 2525–2538, 2006.
- [11] Cleave and D. A. Van, "Rapid Quenching Boosts Metallic Properties," pp. 52–55, 1976.
- [12] G. . Yurek, D. Eisen, and A. G. Reed, "Oxidation behavior of a fine-grained rapidly solidified 18-8 stainless steel," *Met. Mater. Trans. A*, vol. 13A, pp. 473–485, 1982.
- [13] J. W. Elmer, "The Influence of Cooling Rate On The Microstructure Of Stainless Steel Alloys," University of MIT, 1988.
- [14] P. Kumar and G. Agnihotri, "Cold Drawing Process – A Review," *Int. Journ. Eng. Res. App*, vol. 3, pp. 988–994, 2013.
- [15] V. M. C. F. Cunha, "Steel Fiber Reinforced Self-Compacting Concreteo Title," Universidade do Minho, 2010.
- [16] G. Vekinis, E. Sofianopolous, and W. J. Tomlinson, "Alumina toughened with short nickel fibres," *Acta Met.*, vol. 45, pp. 4651–4661, 1997.
- [17] G. H. Tattersall and C. R. Urbanowivz, "Bond Strength in Steel Fibre-Reinforced Concrete," *Mag. Conc. Res*, vol. 26, pp. 105–113, 1974.
- [18] M. Maage, "Steel Fibre Bond Strengths in Cement-Based Matrices Influenced by Surface Treatments," *Cem. Conc. Assoc.*, vol. 7, pp. 703–709, 1977.
- [19] A. Bentur and S. Mindess, *Fibre Reinforced Cementitious Composites*. Taylor & Francis, 2007.
- [20] A. Bentur and S. Diamond, "The microstructure of the steel fibre-cement interface," *Journ. Mater. Sci.*, vol. 20, pp. 3610–3620, 1985.
- [21] A. Bentur and S. Diamond, "Crack patterns in steel fibre reinforced cement paste," *Mater. Struct.*, vol. 18, pp. 49–56, 1985.
- [22] S. Igarashi, A. Bentur, and S. Mindess, "The effect of processing on the bond and interfaces in steel fiber reinforced cement composites," *Cem. Concr. Comp.*, vol. 18, pp. 313–322, 1996.
- [23] M. F. Ashby, F. J. Blunt, and M. Bannister, "Flow characteristics of highly constrained metal wires," *Acta Met.*, vol. 37, pp. 1847–1857, 1989.
- [24] C. Leung and N. Shapiro, "Optimal Steel Fiber Strength for Reinforcement of Cementitious Materials," *. Mater. Civ. Eng.*, vol. 11, pp. 116–123, 1999.
- [25] F. Laranjeira, A. Aguado, and C. Molins, "Predicting the Pullout Response of

- Inclined Straight Steel Fibers,” *Mat Struct.*, vol. 43, pp. 875–895, 2010.
- [26] N. Banthia and J. . Trottier, “Concrete Reinforced with Deformed Steel Fibres. Part I: Bond-Slip Mechanisms,” *ACI Mat. Journ.*, vol. 91, pp. 435–446, 1994.
 - [27] P. Robins, S. Austin, and P. Jones, “Pull-out Behaviour of Hooked Steel Fibres,” *Mat. Struct.*, vol. 35, pp. 434–442, 2002.
 - [28] J. R. Homrich and A. E. Naaman, “Stress-strain Properties of SIFCON in Uniaxial Compression and Tension,” *ACI SP-105, Am. Concr. Inst.*, pp. 283–304, 1987.
 - [29] M. Colombo, R. Felicetti, and M. Milano, “Mechanical Properties of Steel Fibre Reinforced Concrete Exposed at High Temperatures,” *Mat. Struct.*, 2009.
 - [30] E.Cailleux, T.Cutard, and G.Bernhart, “Pullout of steel fibres from a refractory castable: experiment and modelling,” *Mech. Mater.*, vol. 37, pp. 427–445, 2005.
 - [31] S. K. Lam and T. W. Clyne, “Toughness of metal fibre/ceramic matrix composites (MFCs) after severe heat treatments,” *Mat. Sci. Tech.*, vol. 30, pp. 1135–1141, 2014.
 - [32] “High-Temperature Characteristics of Stainless Steel,” *Nickel Institute*.
 - [33] A. A. / A820M-16, “Standard Specification for Steel Fibers for Fiber-Reinforced Concrete.” ASTM International, 2016.
 - [34] S.Austin, “Melt Extracted Fibres Reinforced Composites,” University of Loughborough, 1984.
 - [35] A. E407-07, “Standard Practice for Microetching Metals and Alloys.” ASTM International, 2015.
 - [36] “UNE-EN 1936:2007 Natural stone test methods - Determination of real density and apparent density, and of total and open porosity.”
 - [37] “NP EN 12390-3: Ensaio do betão endurecido. Parte 3: Resistência à compressão dos provetes de ensaio.”
 - [38] “EN 993-19 Methods of test for dense shaped refractory products - Part 19: Determination of thermal expansion by a differential method.”
 - [39] J. V. Wood and R. W. . Honeycombe, “Splat Quenching of Austenitic Steels Containing Niobium and Carbon,” *Mat. Sci.*, pp. 501–515, 1978.
 - [40] R. Saluja and K. M. Moeed, “The emphasis of phase transformations and alloying constituents on hot cracking susceptibility of type 304L and 316L stainless steel welds,” *Int. J. Eng. Sci. Technol.*, vol. 4, pp. 2206–2216, 2012.
 - [41] J. Ejenstan, M. Thurunder, P. Olssen, F. Rave, and P. Szakalos, “Microstructural Stability of Fe-Cr-Al Alloys at 450-550°C,” *Nuc. Mat.*, pp. 291–297, 2015.

Anexos

Anexo A – Ficha técnica da fibra 304

Anexo B – Ficha técnica da fibra 310

Anexo C – Ficha técnica da fibra 446

Anexo D – Ficha técnica da fibra de ganchos

Anexo E – Difratoograma da matriz cerâmica

Anexo F – ATG/ATD fibra 304 a 1200°C com taxa de aquecimento de 5°C/min



Data Sheet

ME304 Stainless Steel Fibres reinforce monolithic refractories against thermal and mechanical shock by reducing cracking and spalling susceptibility. The fibres can be used in refractory operating conditions of:

- Moderate thermal cycling, or
- Continuous fibre soaking temperature up to 1100°C in refractory
- Moderate mechanical shock
- High temperature corrosive atmospheres (sulphidation, chlorination etc)

Chemical Composition (maximum unless stated):

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	others
0.50	3.5	2.0	0.050	0.030	18.0-20.0	8.0-10.5	-

Melting Temperature: 1400-1455°C

Critical Oxidation Temperature:

Cyclic Heating: 870 °C

Continuous Service: 1100 °C

Tensile Strength:

20 °C 515 MPa

870 °C 124 MPa

Modulus of Elasticity (870°C): 124 GPa

Coefficient of Thermal Expansion (870°C): 20.2 @10⁻⁶ /°C

Thermal Conductivity (540°C): 21.5 W/m²K

ME Fibre – Typical Dimensions and Aspect Ratios

Fibre ¹ Length	Typical Equivalent Dia ²	Typical Aspect ³ Ratio	Typical No/kg
12mm	0.30mm	40	151,000
20mm	0.40mm	50	51,000
25mm	0.50mm	50	26,000
25mm	0.60mm	42	18,100
35mm	0.60mm	58	13,000
35mm	0.70mm	50	9,500


³ Aspect ratio is calculated as fibre length - diameter

¹ Other fibre lengths can be manufactured on request

² Other fibre diameters can be manufactured on request

TEL : +44 (0)1773 863100
FAX : +44 (0)1773 580287
Email: info@fibertech.com

FIBRETECH



Data Sheet

H
C
E
T
E
R
E
F
I
B
R
E
T
E
C
H

ME310 Stainless Steel Fibres reinforce monolithic refractories against thermal and mechanical shock by reducing cracking and spalling susceptibility. The fibres can be used in refractory operating conditions of:

- High thermal cycling, or
- Continuous fibre soaking temperature up to 1200°C in refractory
- High mechanical shock
- High temperature corrosive atmospheres (sulphidation, chlorination etc)

Chemical Composition (maximum unless stated):

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	others
0.50	3.5	2.0	0.050	0.030	24.0-26.0	19.0-22.5	-

Melting Temperature: 1400-1455°C

Critical Oxidation Temperature:

Cyclic Heating:	1040 °C
Continuous Service:	1200 °C

Tensile Strength:

20 °C	540 MPa
870 °C	152 MPa

Modulus of Elasticity (870°C): 125 GPa

Coefficient of Thermal Expansion (870°C): 18.5 @10⁻⁶ /°C

Thermal Conductivity (540°C): 20.1 W/m²K

ME Fibre – Typical Dimensions and Aspect Ratios

Fibre Length ^{*1}	Typical Equivalent Dia ^{*2}	Typical Aspect Ratio ^{*3}	Typical No/kg
12mm	0.34mm	40	151,000
20mm	0.47mm	50	51,000
25mm	0.50mm	50	26,000
25mm	0.60mm	42	18,100
35mm	0.60mm	58	13,000
35mm	0.70mm	50	9,500

*3 Aspect ratio is calculated as fibre length - diameter
*1 Other fibre lengths can be manufactured on request
*2 Other fibre diameters can be manufactured on request

TEL : +44 (0)1773 863100
FAX : +44 (0)1773 580287
Email: info@fbretech.com

4/12

Anexo C – Ficha técnica da fibra 446



Data Sheet

ME446 Stainless Steel Fibres reinforce monolithic refractories against thermal and mechanical shock by reducing cracking and spalling susceptibility. The fibres can be used in refractory operating conditions of:

- High thermal cycling, or
- Continuous fibre soaking temperature up to 1200°C in refractory
- Moderate mechanical shock
- High temperature oxidation resistance

Chemical Composition (maximum unless stated):

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	others
0.40	3.5	2.0	0.050	0.10	23.0-27.0	0.5	-

Melting Temperature: 1425-1510°C

Critical Oxidation Temperature:

Cyclic Heating:	1100 °C
Continuous Service:	1200 °C

Tensile Strength:

20 °C	900 MPa
870 °C	53 MPa

Modulus of Elasticity (870°C): 97 GPa

Coefficient of Thermal Expansion (870°C): 13.1 @10⁻⁶ /°C

Thermal Conductivity (540°C): 24.8 W/m²K

ME Fibre – Typical Dimensions and Aspect Ratios

Fibre Length ^{*1}	Typical Equivalent Dia ^{*2}	Typical Aspect Ratio ^{*3}	Typical No/kg
12mm	0.30mm	40	151,000
20mm	0.40mm	50	51,000
25mm	0.50mm	50	26,000
25mm	0.60mm	42	18,100
35mm	0.60mm	58	13,000
35mm	0.70mm	50	9,500

^{*3} Aspect ratio is calculated as fibre length ÷ diameter

^{*1} Other fibre lengths can be manufactured on request

^{*2} Other fibre diameters can be manufactured on request

FIBRETECH

TEL : +44 (0)1773 863100
FAX : +44 (0)1773 586287
Email: info@fibrectech.com

4/12

Anexo D – Ficha técnica da fibra de ganchos

OPTIMISED FIBRES

developed to enhance refractory performance

- mejorando los revestimientos refractarios

FICHA TECNICA

Fibras de alambre estirado con Alto contenido de Cromo y Aluminio (AC-A)

FECHA de REVISIÓN: 21 febrero 2013
 TIPO de PRODUCTO: Fibras en acero inoxidable
 PROCESOS de FABRICACIÓN: Fibras de alambre estirado
 FORMA: Fibras deformadas

CARACTERÍSTICAS ESTÁNDAR:
 (La metalurgia ofrecida es estándar y conforme a las normas AISI)

% Kg	Cr	Al	C	Mn	Si	P	S	Fe + traza elementos
max	23-26	4,5-8,5	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	Restante

Temp. de Fusión (°C): 1480 – 1520
 Tasa de Oxidación: 1,5% a 1480°C durante 1 hora
 Temperatura máxima de servicio:
 Condiciones constantes (°C): 1300
 Condiciones cíclicas (°C): 1460
 Densidad (g/cm³): 7,1
 Resistencia a la tensión:

Temperatura	20°C / 68°F	700°C / 1292°F	1000°C / 1832°F	1200°C / 2192°F
MPa (min.)	1200	900	750	550

Expansión lineal: Coeficiente (20-1000°C) 5,5 (10⁻⁴/°C)
 Conductividad térmica: Coeficiente 12,79W/m.K
 Propiedades magnéticas: Magnético (acero inoxidable ferros)

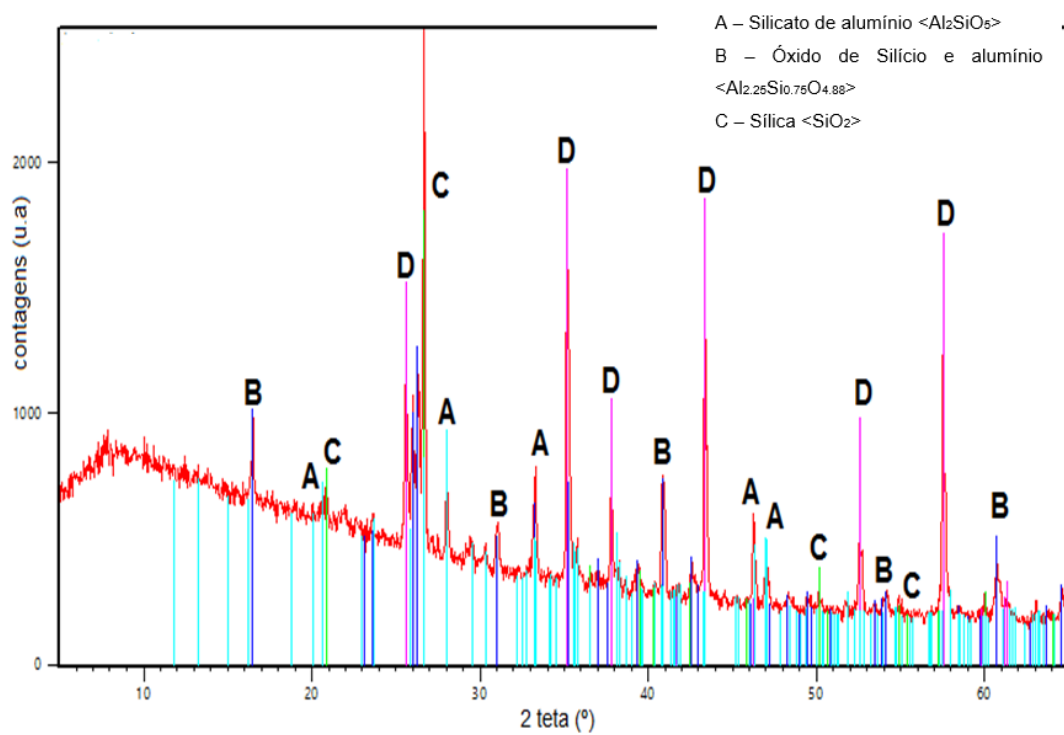
Dimensiones (Ø x L)	0.55 x 12mm	0.55 x 19mm	0.55 x 25mm	0.55 x 35mm	0.7 x 25mm	0.7 x 35mm
Equivalentes para la industria petroquímica =	0.022 x 1/2"	0.022 x 3/4"	0.022 x 1"	0.022 x 1 1/2"	0.028 x 1"	0.028 x 1 1/2"
Forma	HE	HE	HE	HE	HE	HE
Relación de aspecto (L=Ø)	22	36	45	64	36	50
Relación Volumen:Superficie (mm³ : mm²)	1 : 7.4	1 : 7.4	1 : 7.4	1 : 7.4	1 : 5.8	1 : 5.8
Numero típico de fibras / Kg (approx)	45,000	29,000	22,000	16,000	14,000	10,000

Estas fibras son producidas de conformidad a los estándar ASTM A820/A820M-06 Type 1, y que hacen posibles las siguientes tolerancias:
 Sobre longitud y diámetro: +/- 10%
 Sobre la relación de aspecto L/Ø: +/- 15%

Trazabilidad de producción completa - Certificación DIN EN 10204 -3.1 disponible bajo petición.

Optimised Fibres Ltd 58 Main Street Newtown Linford Leicestershire GB-LE6 0AD
 Tel/Fax +44 (0)1530 244243 Mobile +44 (0)7890 668003
 optimisedfibres@btinternet.com www.optimisedfibres.com
 Registered in England and Wales No. 6297368 VAT Registration No. GB-912 7036 47

Anexo E – Difratoograma da matriz cerâmica



Anexo F – ATG/ATD fibra 304 a 1200°C, em ar, com taxa de aquecimento de 5°C/min.

